AGRONOMIA LUSITANA

VOL. 14 — N.º 2

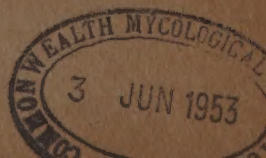
1952



ESTAÇÃO AGRONÓMICA NACIONAL

SACAVÉM

PORTUGAL



AGRONOMIA LUSITANA

VOL. 14 — N.º 2
1952



Estação Agronómica Nacional
PORTUGAL

TIP. ALCOBACENSE, LIMITADA
ALCOBAÇA

NOTA SOBRE A PERPETUAÇÃO DE FRAGMENTOS CROMOSÓMICOS EM *LUZULA PURPUREA*

POR *DUARTE DE CASTRO* E *M. NORONHA-WAGNER*
(da Estação Agronómica Nacional)

DESDE o começo das nossas investigações sobre a acção dos raios-X nos cromosomas de *L. purpurea* (CASTRO, CÂMARA e MALHEIROS, 1949) procurámos na descendência de plantas irradiadas indivíduos com cariotipos constituidos por fragmentos e translocações. Constituiria esse facto mais uma prova de que os fragmentos nesta espécie possuem actividade centromérica e que são por isso estáveis atravez de sucessivas gerações; também se poderia demonstrar, desta maneira, a possibilidade de formação de raças cariológicas homozigóticas em número teòricamente ilimitado.

Por motivos acidentais, alheios à nossa vontade, o trabalho não poude seguir o ritmo que desejariamos e as descendências por esse motivo, não puderam ser acompanhadas com o rigor necessário nuns casos, ou perderam-se noutros.

Em 1951, procedeu-se a nova irradiação de plantulas que sofreram o tratamento de 1.000 r usando 140 Kw, 6 m. a., com 30 cm. de distância focal e filtro de alumínio de 5 mm.. Destas plantas só se aproveitaram aquelas em cuja meiose se verificou existirem fragmentos. Como é natural esperar-se, as inflorescências de plantas irradiadas, nos seus primeiros estados de desenvolvimento, podem ou não conter fragmentos e translocações conforme o núcleo da célula, que remotamente lhes deu origem, foi ou não afectado pelo bombardeamento das radiações ionizantes.

Já vimos em trabalho anterior como esses fragmentos e translocações tomam, na maior parte dos casos, na MI aspectos que são característicos de emparelhamentos em translocações recíprocas, vimos também que em AI essas configurações se dividem mitòticamente. O estado de grande contracção a que estão sujeitos os cromosomas em MII, não nos permitiu ainda estudar com pormenor

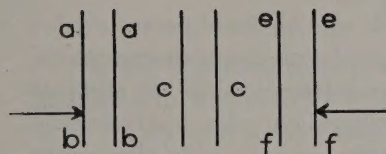
o comportamento daqueles rearranjos nesta fase, verificámos, no entanto, que a disjunção das partes homologas é bastante afectada sendo frequente ver, quando as alterações são profundas, os 4 grãos de pólen da tetrada com constituições cromosómicas diferentes. Evidentemente que o grau de fertilidade destas plantas deverá diminuir na medida em que houver maior número de translocações e se tornarem cada vez menos prováveis gamêtas de constituição génica equilibrada.

Da pequena descendência duma planta irradiada em 1951 fixámos em álcool-ácido acético (3/1) algumas plantulas das quais depois fizemos esfregaços em orceína-acética, ainda com o intuito de procurar novos cariotipos nas suas constituições cromosómicas. Entre algumas normais apareceu uma com o cariotipo representado na Est. I, fot. 2, constituido pelos seguintes pares de cromosomas: 1 par de dimensões normais; 1 par um pouco mais pequeno do que o dobro das dimensões normais e 1 par de cromosomas muito pequenos.

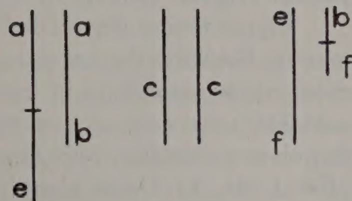
Pensamos que o modo de origem desta planta foi a seguinte: numa célula inicial deu-se a rutura de 2 cromosomas não homólogos nas regiões indicadas no esquema (I): os dois troços maiores soldaram-se, o mesmo acontecendo aos mais pequenos resultando um cariotipo característico dum híbrido estrutural heterozigótico (II).

Na meiose resultaria, em paquitena, um emparelhamento normal para os cromosomes *cc* e uma cruz composta pelos dois cromosomas translocados e os seus homologos intactos. (III). Na MI teríamos dois aneis, 1 grande outro pequeno, consequência lógica das fases anteriores. Na AII teríamos, seguindo a terminologia de DARLINGTON (1937), ou uma disjunção igual de que resultariam dois gamêtas de constituição génica equilibrada, ou uma não disjunção igual ou desigual de que resultariam gametas genicamente desiquilibrados (IV). As duas classes de gametas equilibrados conjungando-se dariam: a) plantas normais; b) plantas homozigóticas para a translocação recíproca e c) plantas heterozigóticas para essa mesma translocação. Os gamêtas provenientes de uma não disjunção igual serão possìvelmente férteis e quando conjugados com os seus complementares repetem também o híbrido estrutural heterozigótico; os provenientes duma não-disjunção

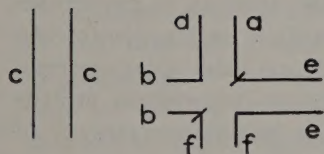
I

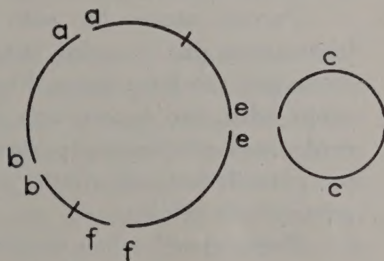


II



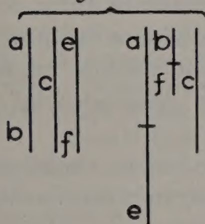
III



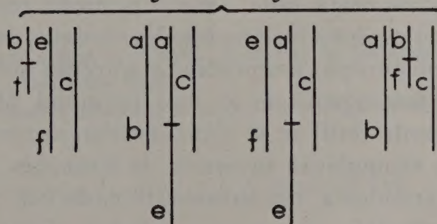


IV

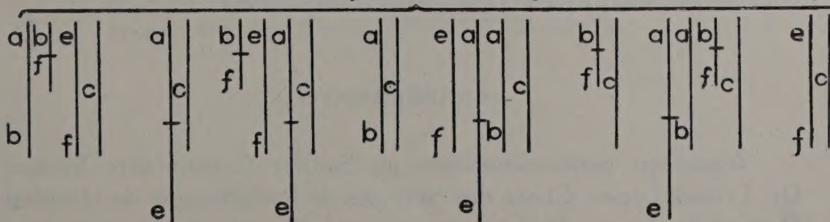
Disjunção



Não-disjunção igual



Não-disjunção desigual



desigual serão uns estéreis outros possìvelmente férteis e então podem originar plantas tri e tetrasómicas.

Algum tempo depois de formulada, esta hipótese parece confirmar-se. Na verdade, entre as restantes plantas desta descendência, cuja mitose pudemos já estudar, encontrámos além de algumas normais, uma com o cariotipo heterozigótico, cujo aparecimento já tinhamos predito, e igual ao que supomos seria o da planta-mãe (Est. I, fot. 3). Desta planta, que conservámos viva, será possível agora obter de novo o cariotipo homozigótico da primeira planta que inutilizámos.

Parece, assim, ter sido provado que, em *L. purpurea*, os fragmentos, unidos pelas suas pontas, não saradas, se perpetuam duma geração para outra. Resta agora verificar se fragmentos não conjugados, isto é, com uma ou sem nenhuma extremidade permanente mas simplesmente sarada, também se transmitem através das gerações de indivíduos, assim como se transmitem através de gerações de células.

Desta maneira fica também demonstrada a relativa facilidade com que, utilizando raios-X, se podem criar novas raças cariológicas nas espécies possuindo cromosomas sem centrómero localizado. A planta homozigótica para a translocação recíproca, que estudámos nesta nota, seria o primeiro representante duma dessas raças ou espécies incipientes. Na verdade, os indivíduos que possuam esta constituição cromosómica sofrerão automàticamente um isolamento fisiológico que só lhes permitirá obter descendência completamente fértil se se reproduzirem entre si.

A acumulação sucessiva de mutações produziria ainda, nesta raça cariológica, um isolamento cada vez mais rigoroso favorável à constituição duma nova espécie. Este é um caso idêntico ao relatado por GERASSIMOVA (1939) para *Crepis tectorum* e por DUBININ (in BABCOCK, 1947) para *Drosophila melanogaster*.

AGRADECIMENTO

Agradeço penhoradamente ao Senhor Comandante Médico Dr. Gomez Lopez, Chefe dos Serviços de Radioterapia do Hospital Central do Ar em Madrid, ter-me amàvelmente proporcionado a irradiação destas plantas nos seus serviços.

NOT ON THE PERPETUATION OF CHROMOSOME FRAGMENTS IN *LUZULA PURPUREA*

SUMMARY

In the offspring of a plant of *L. purpurea*, which had been submited to X-rays in its first stages of development, two plants were found with a new karyotype, one corresponding to its homozygous form: one pair of normal size chromosomes, one pair somewhat smaller than the double of the normal size and one very small pair (Plate I. Fot. 2), and the other to its heterozigous form (Plate I. Fot. 3). They may have arisen following the scheme presented.

It seems thus established that in *L. purpurea* fragments united by their non-healed ends perpetuate themselves from generation to generation. It remains to be proved if fragments with healed ends will also be transmited through generations of individuals, as they are through generations of cells. The finding of these plants also demonstrates the relative ease with which, using X-rays, new karyological races, or incipient species, can be produced in this species.

BIBLIOGRAFIA

BABCOCK, E. B.

1947 Cytogenetics and speciation in *Crepis*. *Advances in Genetics* **1**: 69-93.

CASTRO, D., CÂMARA, A. and MALHEIROS, NYDIA

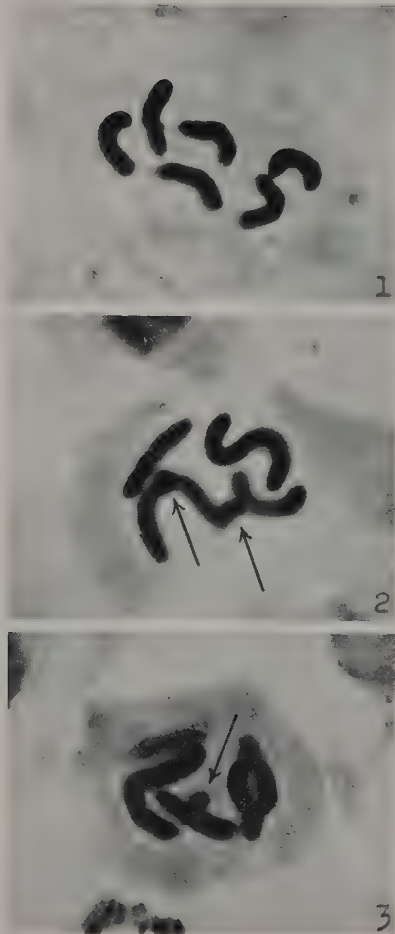
1949 X-rays in the centromere problem of *Luzula purpurea* Link. *Genética Ibérica* **1**: 49-54.

DARLINGTON, C. D.

1937 *Recent advances in cytology*. London. J. & A. Churchill Ltd.

GERASSIMOVA, H.

1939 Chromosome alterations as a factor of divergence of forms. I. New experimentally produced strains of *C, tectorum* which are physiologically isolated from the original forms owing to reciprocal translocation. *Compt. Rendus* (Doklady) *Acad. Sci. U.R.S.S.* **25**: 148-154.



Fot. 1 — Metafase mitótica normal.

Fot. 2 — Metafase mitótica duma planta homozigótica para a translocação recíproca. As setas indicam os cromosomas translocados de menores dimensões.

Fot. 3 — Metafase mitótica duma planta heterozigótica para a translocação recíproca. A seta indica o cromosoma translocado de menores dimensões.

FUNGI LUSITANIAE

I

Auctoribus

MARIA ROSÁLIA DE SOUSA DIAS

ET

EMMANUELE DE SOUSA DA CAMARA

(STATIONIS AGRONOMICAE NATIONALIS)

INTRODUÇÃO

COMEÇAM agora novos trabalhos micológicos, de colaboração com a Ex.ma Senhora D. MARIA ROSÁLIA DE SOUSA DIAS, minha antiga aluna, pessoa inteligente, culta e hoje uma figura de relevo, de importância para a determinação dos fungos, honrando assim o seu antigo, velho professor.

Este, já com avançada idade, exausto, desmemoriado, precisava, na verdade,de pessoas que o auxiliassem nos seus modestos trabalhos e de facto encontrou quem, no futuro, o pode substituir e quem presentemente ha-de valorizar, sem dúvida alguma, os recentes estudos.

Cumpre-me ainda, em nome da minha ilustre Colega e no meu, agradecer à Secção Botânica da Estação Agronómica e em especial ao Engenheiro-Agrónomo PINTO DA SILVA, que a dirige, o grande, enorme obséquio que para connosco teve, determinando quase todos os exemplares de plantas invadidas pelos micetas por nós classificados e que figuram nesta simples, comedida pesquiza taxonómica.

UREDINALES (Brongn.) Diet.

PUCCINIACEAE Schröt.

Amerosporae Sacc.

Uromyces Lk.

Uromyces inaequialtus Lasch. — (*Ured. Lusit.*, III, 319, n. 143).

In foliis caulibusque *Silenes inflatae* (Salisb.) Sm., pr. Sacavém (ad Hortum Stationis Agronomicae Nationalis), leg. Loureiro Ferreira, julio, 1951.

Obs.: *uredosporis teleutosporique tantum visis.*

Uromycetes Loti Blytt. — (*Ured. Lusit.*, I, 417, n. 13).

In foliis petiolisque *Loti cretici* L., circa Sintra (Praia das Maçãs), leg. Maria Rosália de Sousa Dias, julio, 1951.

Obs.: *uredosporis (22-24 × 21-23 μ.) tantum visis.*

Didymosporae Sacc.

Puccinia Pers.

Puccinia Carduorum Jacky — (*Ured. Lusit.*, I, 113, n. 41).

In foliis ramulisque *Cardui tenuiflori* Curt., pr. Belas (Quinta da Senhora da Serra), leg. D. Luiza Ambrioso, junio, 1951.

Obs.: *teleutosporis tantum visis.*

Puccinia Chrysanthemi Bz. — (*Myc. Lusit.*, III, 169).

Ad folia *Chrysanthemi* sp., in Lisboa, novembri, 1951.

Obs.: *uredosporis (25-33 × 22,5-25 μ.) tantum visis.*

Puccinia Helianthi Schw. — (*Ured. Lusit.*, III, 328).

Ad folia *Helianthi debilis* Nutt., in Lisboa, novembri, 1951.

Obs.: *uredosporis (24,5-30 × 18,75-24 μ.) tantum visis.*

Phragmosporae Sacc.

Phragmidium Lk.

Phragmidium violaceum (Schultz) Wint. — (*Ured. Lusit.*, I, 141, n. 88).

In foliis *Rubi* sp., pr. Parede (Ribeira de Caparide), leg. Loureiro Ferreira, decembri, 1951.

Socia *Tubercularia vulgaris* Tode.

PYRENIALES (Fr.) Sacc. et Trav.

VALSACEAE Tul.

Allantosporae Sacc.

Valsa Fr.

Valsa ceratophora Tul. — (*Myc. Lusit.*, VII. 91).

In ramulis *Pini Pinastri* Ait. et *Quercus cocciferae* L., pr. Queluz et Tomar, leg. Maria Rosália de Sousa Dias et D. Maria Tereza Lucas, majo decembrique, 1950 et 1951.

Obs.: *periteciis 220-615 × 185-300 μ.; collis 370-530 μ. longis; ascis 24-40 × 5-7,5 μ.; sporidiis 6-9 × 1,5-2 μ.*

Phaeodidymae Sacc.

Valsaria Ces. et De Not.

Valsaria insitiva (De Not.) Ces. et De Not. — (*Myc. Lusit.*, XII, 188).

In cortice truncorum *Quercus cocciferae* L., pr. Cascais (Parque Palmela), leg. Maria Rosália de Sousa Dias, decembri, 1950.

Obs.: *sporidiis 17-18 × 7,5-9 μ.*

Scolecosporae Sacc.

Vialaea Sacc.

Vialaea insculpta (Fr. ?) Sacc. — (*Myc. Juresi*, 95, n. 26).

In ramulis *Ilicis Aquifolii* L., pr. Sintra (Parque da Pena), leg. Maria Rosália de Sousa Dias, julio, 1951.

Socio *Helminthosporio Smithii* Berk. et Br.

Obs.: *peritheciis 380-560 × 200-340 μ.; ascis 143,5-200 × 17,5 μ.; sporidiis 82,5-100 × 6-7,5 μ.*

SPHAERIACEAE (Fr.) Sacc.

Hyalosporae Sacc.

Botryosphaeria Ces. et De Not.

Botryosphaeria Berengeriana De Not. — (*Myc. Lusit.*, XII, 189).

In ramulis *Magnoliae grandiflorae* L., leg. Maria Rosália de Sousa Dias, in Lisboa (ad Hortum Botanicum Facultatis Scientiarum), januario, 1951.

Socia *Phomopsi magnoliicola* Died.

Obs.: *peritheciis 240-330 × 150-270 μ.; ascis 66-85 × 17,5-19,5 μ.; sporidiis 18,75-30 × 8-10 μ.*

Cryptosporella Sacc.

** 1) **Cryptosporella Corynocarpi** n. sp. (Tab. I, fig. 1-4).

Stromate valseo, cortici omnino immerso, plurilocellato; peritheciis plus minusve depressis orbicularibusve, minute rostratis,

nigris, grandiusculis, 260-350 × 190-280 μ.; ascis octosporis, clavoideis, haud stipitatis, deorsum plus minusve teretiusculis, non paraphysatis, achrois, 87,5-115 × 18,5-20 μ.; sporidiis plerumque ovoideis interdumque ellipsoideis, rectis, utrinque rotundatis, hyalinis, 17-23 × 9,5-10 μ.

Ad ramulos *Corynocarpi laevigatae* Forst., in Lisboa (ad Hortum Colonialem Ajudensis) leg. Maria Rosália de Sousa Dias, majo, 1951.

Socio *Fusicocco Corynocarpi* n. sp.

Guignardia Viala et Rav.

* 2) **Guignardia Melaleucae** (Berk.); *Laestadia Melaleucae* (Berk.) Sacc., *Syll.*, IX, 581.

In ramulis *Melaleucae armillaris* Sn., in Lisboa (ad Hortum Botanicum Facultatis Scientiarum), leg. Maria Rosália de Sousa Dias, januario, 1951.

Obs.: *perithecіis 200-215 × 170-205 μ.; ascis 75-82,5 × 19-21 μ.; sporidiis 17-27,5 × 8,75-11 μ.*

An f. *ramicola ?*

* 3) **Guignardia Rhodorae** (Cke.); *Laestadia Rhodorae* (Cke.) Berl. et Vogl., *Add. Syll.* 62; Sacc. *Syll.* IX, 583.

In follis *Rhododendri* sp., pr. Sintra (Parque da Pena) leg. D. Maria Tereza Lucas, julio, 1951.

Obs.: *peritheciis 150-185 × 120-150 μ.; ascis 55-75 × 10-14,5 μ.; sporidiis 14-17,5 × 7-7,5 μ.*

Phaeodidymae Sacc.

Rhynchostoma Karst.

** 4) **Rhynchostoma gnatostomatica** n. sp. (Tab. II, Fig. 1-3).

Peritheciis epidermide plus minusve tectis, globosis, rostro crassiusculo mandibuliformibusque insectorum, nigris, 460-600 × 300-450 μ.; ascis octosporis, clavoideis, breve pedicellatis, achrois, 87,5-132,5 × 12,5-13 μ.; paraphysibus numerosis, filiformibus, ascis superantibus; sporidiis distichis, fusoideis, rectis curvulisve, uniseptatis, non constrictis, utrinque attenuatis, diu hyalinis, ad postremum luteo-branneis, 28,5-33 × 5,5-7 μ.

Sociis *Phomopsi ligulatae* Grv. et *Coniothyrio sphaerospermo* Fck.

In ramulis aculeisque *Ulicis minoris* Roth, pr. Queluz (Vale de Lobos, leg. D. Luiza Ambrioso, januario, 1951.

Phaeophragmiae Sacc.

Leptosphaeria Ces. et De Not.

Leptosphaeria Convallariae Alm. et S. Cam., f. **Rusci** Alm. et S. Cam. — (*Myc. Lusit.*, IX, 47).

In foliis *Rusci aculeati* L., pr. Cascais (Parque Palmela), leg. D. Luiza Ambrioso, septembri, 1950.

Socia *Strasseria Rusci* S. Cam. et Luz.

Obs.: *peritheciis 100-175×92-160 μ.; ascis 55-70×12-12,5 μ.; sporidiis plerumque 4 interdumque 3 et 5 septatis, 16-26×4,5-5,5 μ.*

Hyalodictyae Sacc.

Peltosphaeria Berl.

** 5) **Peltosphaeria vitrispora** (Cke. et Harkn.) Berl., n. f. **Callistemonis.**

In ramulis *Callistemonis* sp., pr. Cascais (Parque Palmela), leg. Maria Rosália de Sousa Dias, decembri, 1950.

Obs.: *peritheciis sparsis, epidermide nigrificata tectis, clypeatis, globosis, papillatis, atris, 270-450×220-370 μ.; ascis octosporis, nimie paraphysatis, cylindraceo-clavoideis, brevi pedicellatis, achrois, 95-128×25-30 μ.; sporidiis ellipsoideis, rectis, utrinque parce attenuatis, lenissime constrictis, sine muco hyalino, 6-7 septato muriformibus, hyalinis, 25-35×10-14 μ.*

F. lusitanica Frag., *in Mycoflora Lusitaniae* jam memorata fuit (Frag., *Fl. Myc, Lusit.*, 25, n. 92).

HYSTERIALES (Crd.) Sacc. et Trav.

HYSTERIACEAE Crd.

Phaeophragmiae Sacc.

Hysterium Tode

Hysterium angustatum Alb. et Schw. — (*Myc. Lusit.*, XII, 193).

In ramulis *Oleae europaeae* L., pr. Sabugo (Queluz), leg. D. Luiza Ambrioso, februario, 1951.

Obs.: *ascis 67,5-73 × 13-14 μ.; sporidiis 18-23 × 6,5-8 μ.*

** 6) **Hysterium Rosmarini** n. sp. (Tab. I, fig. 5-8).

Peritheciis subsuperficialibus, globosis, sparsis, carbonaceis, excipulo crasso, rima tenuissima percursis, 250-390 × 170-250 μ.; ascis octosporis, clavoideis, breve stipitatis, achrois, usque 77,5 × × 15 μ.; paraphysibus filiformibus, longiusculis incoloribus; sporidiis subdistichis, ovoideis clavoideisve, rectis curvulisve, triseptatis, non vel lenissime constrictis, loculo inferiore dilute colorato ceterisque brunneis, 19-22,5 × 5,5-7 μ.

Ad ramulos *Rosmarini officinalis* L., in Serra da Arrábida, leg. D. Maria Teresa Lucas, octobri, 1951.

* 7) **Hysterium vulgare** De Not., in Sacc., *Syll.*, II, 745.

In ramulis fructibusque *Callistemonis* sp., pr. Cascais (Parque Palmela), leg. Maria Rosária de Sousa Dias, decembri, 1950.

Obs.: *ascis 67,5-90 × 11-12,5 μ.; sporidiis 16-22,5 × 5,5-7,5 μ.*

SPHAEROPSIDALES (Lév.) Lind.

SPHAERIOIDACEAE Sacc.

Hyalosporae Sacc.

Cytospora Ehrb.

Cytospora Beaufortiae S. Cam. (*Myc. Lusit.*, V, 312).

Ad ramulos *Melaleucae armillaris* L., in Lisboa (ad Hortum Botanicum Facultatis Scientiarum), leg. Maria Rosália de Sousa Dias, januario, 1951.

Obs.: *pycnidiis 240-380 × 140-350 μ.; sporophoris 17,5-27,5 × × 1,25 μ.; sporulis 4,5-5 × 1,5 μ.*

An f. *ramicola?*

Cytospora Gleditschiae Ell. et Barth., in Sacc. et P. Syd., *Syll.*, XIV, 915.

In ramis *Gleditschiae Triacanthi* L., pr. Vale de Cavalos (Alpiarça), leg. D. Maria Tereza Lucas, decembri, 1951.

Obs.: *sporulis 4,5-5,5 × 1-1,25 μ.*

* 8) **Cytospora Palmarum** Cke., in Sacc., *Syll.*, X, 249; Allesch., *Die Pilze*, VI, 587; Grv., *Sphaeropsid.*, I, 271.

Ad folia *Butiae capitatae* (Mart.) Bex., in Lisboa (ad Hortum Botanicum Facultatis Scientiarum), leg. Maria Rosália de Sousa Dias, januario, 1951.

Obs.: *sporulis plerumque rectis interdumque allantoideis, parce crassioribus, 5,5-6,5 $\times$ 2-2,5 μ.*

Sociis *Microdiplodia Palmarum* Died., *Diplodia pinnarum* Passer., *Pestalozzia Palmarum* Cke.

Fusicoccum Crd.

** 9) **Fusicoccum Corycocarpi** n. sp. (Tab. II, Fig. 4-5).

Stromate valseo, cortici omnino immerso, multilocellato; peritheciis subglobosis, depressis irregularibusque, nigris, exciputo crasso, nigris, 280-300 $\times$ 180-290 μ.; sporophoris fasciculatis, plus minusve cylindraceis, achrois, 10-14 $\times$ 2 μ.; sporulis ellipsoideis, utrinque leniter acuminatis interdumque irregularibus, rectis, nubilosis, hyalinis, 15-23,75 $\times$ 5-6,5 μ.

Ad ramulos *Corynocarpi laevigatae* Forst., in Lisboa (ad Hortum Colonialem Ajudensis), leg. Maria Rosália de Sousa Dias, majo, 1951.

Socia *Cryptosporėlla Corynocarpi* n. sp.

Macrophyllosticta S. Cam.

Macrophyllosticta acaciaecola (Pat.) S. Cam., *Myc. Lusit.*, VII, 101.

In phyllodiis *Acaciae* sp., in Lisboa (ad Hortum Colonialem Ajudensis), leg. Maria Rosária de Sousa Dias, majo, 1951.

Obs.: *pycnidiis 135-160 $\times$ 130-155 μ.; sporophoris 6-10 $\times$ 3--3,75 μ.; sporulis 16,5-20 $\times$ 6-7 μ.*

** 10) **Macrophyllosticta coryneoidea** n. sp.—(Tab. II, fig. 6-7).

Maculis lutescentibus, plerumque rotundatis, minutis; pycnidiis aliquantum globosis, 105-125 $\times$ 100-120 μ.; sporophoris non visis; sporulis clavatis, numerosissimis, agglutinatis, rectis, utrinque rotundatis, hyalinis, 15-25,5 $\times$ 4,5-6 μ.

In foliis *Silenes inflatae* Sm., pr. Sacavém (ad Hortum Stationis Agronomicae Nationalis), leg. Loureiro Ferreira, junio, 1951.

Macrophyllosticta Ensetes (Sacc. et Scal.) n. nom.; *Macrophoma Ensetes* Sacc. et Scal., in Sacc., *Fl. Myc. Lusit.*, XII, 8; Sacc. et D. Sacc., *Syll.*, XVIII, 274.

Trav. et Spes., *Fl. Mic. Port.*, 96.

Ad folia *Strelitziae Augustae* Thumb., in Lisboa (ad Hortum Botanicum Facultatis Scientiarum), leg. D. Maria Tereza Lucas, januario, 1951.

Socia *Phoma Strelitziae* Thüm. et *Microdiplodia Strelitziae* Frag.

Obs.: *pycnidiis integris; sporulis 17,5-22,5 × 5,5-7 μ.*

Macrophyllosticta Roberti (Boy. et Jacz.) S. Cam. — (*Myc. Lusit.*, IX, 55).

Ad folia *Fici religiosae* L., in Lisboa (ad Hortum Colonialem Ajudensis), leg. Maria Rosália de Sousa Dias, majo, 1951.

Obs.: *pycnidiis 110-180 × 105-145 μ.; sporophoris usque 13,5 μ.; sporulis 19-25 × 6-8 μ.*

Macrophyllosticta Turconii (Trinch.) S. Cam. — (*Myc. Lusit.*, VII, 102).

In foliis *Monstera deliciosa* Liebm., pr. Monte Estoril, leg. D. Luiza Ambrioso, decembri, 1950.

Obs.: *pycnidiis 190-250 μ. diam; sporulis 18,75-23,75 × 6,25--7,50 μ.*

Phoma Fr.

* 11) **Phoma Artemisiae** Died., in D. Sacc., Trav. et Trott., *Syll.*, XXV, 87.

In caulibus siccis *Artemisiae crithmifoliae* L., pr. Praia das Maçãs (circa Sintra), leg. Maria Rosália de Sousa Dias, julio, 1951.

Obs.: *pycnidiis plerumque sparsis, papillulatis, 105-225 × 85--145 μ.; sporulis ovoideis, interdum biguttulatis, semper continuis, 5-7 × 2,5-3,75 μ.*

Phoma strobiligena Desm. (*Myc. Juresi*, 106, n. 62).

Ad folia *Thujae occidentalis* L., in Lisboa (Tapada das Necessidades), leg. Maria Rosália de Sousa Dias, julio, 1951.

Obs.: *pycnidiis 110-125 × 85-90 μ.; sporulis cylindraceo-ovoideis, biguttulatis, 5-8,5 × 2,5-3 μ.*

Phomopsis Sacc.

Phomopsis Abutilonis Sacc. — (*Mycofl. Lusit.*, XI, 33, n. 48).
Ad caules *Abutilonis Darwinii* Hook. f., in Lisboa (Tapada das Necessidades), leg. Maria Rosália de Sousa Dias, julio, 1951.
Obs.: *pycnidiis 170-290 × 120-230 μ.; sporophoris 20-22,5 × × 1,25-1,5 μ.; sporulis 8-10 × 2-2,5 μ.*

Phomopsis Bougainvilleae S. Cam. (*Myc. Lusit.*, XI, 134, n. 660).
In ramulis *Mirabilis Jalapae* L., pr. Setubal, leg. D. Luiza Ambrioso, novembri, 1950.
Obs.: *pycnidiis 290-350 × 120-210 μ.; sporophoris 13,75-15 × × 1,5-2 μ.; sporulis 8-10 × 2,6-3 μ.*

Phomopsis Cestri Syd., (*Myc. Lusit.*, XI, 135).
Ad ramulos *Cestri fasciculati* Miers., in Lisboa (ad Hortum Botanicum Facultatis Scientiarum), leg. Maria Rosália de Sousa Dias, januario, 1951.
Socia *Microhendersonula Cestri* n. sp.
Obs.: *pycnidiis 160-290 × 85-170 μ.; sporulis plus minusve cylindraceis, semper continuis, 4-10 × 1,25-2,5 μ. et filiformibus 16-30 × 1-1,5 μ.*

Phomopsis coneglanensis (Sacc.) Trav. — (*Myc. Lusit.*, VIII, 300 n. 420).
In petiolis *Aesculi Hippocastanei* L., in Lisboa (Tapada das Necessidades). leg. Maria Rosália de Sousa Dias, julio, 1951.
Obs.: *pycnidiis semper sparsis, 175-240 × 100-155 μ.; sporophoris angustioribus 10-20 × 1,25-2 μ.; sporulis parce majoribus, 8,75-10 × 3-3,5 μ.*

Phomopsis Cydoniae (Schulz.) Sacc. et Trav. — (*Myc. Lusit.*, XII, 199, n. 593).
In ramulis *Eriobotryae Japonicae* Lindl., pr. Setúbal, leg. D. Amarilis Alberty de Mendonça, majo, 1951.
Obs.: *pycnidiis aliquantum papillatis, 270-320 × 200-260 μ.; sporophoris fasciculatis, filiformibus, achrois. 17,5-20 × 2-2,5 μ.; sporulis tereti oblongis, rectis vel lenissime curvulis, utrinque parcissime attenuatis, buguttulatis, hyalinis, 8-9,5 × 2-2,5 μ.*

* 12) **Phomopsis epicarpa** Sacc., in Sacc. et Trott., *Syll.*, XXII, 899.

Ad ramulos *Acaciae* sp., in Lisboa (Tapada das Necessidades), leg. Maria Rosália de Sousa Dias, julio, 1951.

Obs.: *pycnidiis 160-230 × 75-135 μ.; sporophoris 15-20 × × 2-2,5 μ.; sporulis 7,5-9,5 × 2-3 μ.*

Phomopsis Euphorbiae (Sacc.) Trav. — (*Myc. Lusit.*, X, 36, n. 41).

Ad ramulos *Euphorbiae grandidentis* How., in Lisboa (ad Hortum Botanicum Facultatis Scientiarum), leg. Maria Rosália de Sousa Dias, januario, 1951.

Obs.: *pycnidiis 115-240 × 70-145 μ.; sporophoris usque 15 μ. long.; sporulis (8,75-10,5 × 2-2,5 μ.) parce majoribus angustioribusque.*

* 13) **Phomopsis ligulata** Grv., *Sphaeropsid.*, I, 231.

In ramulis aculeisque *Ulicis minoris* Roth, pr. Queluz (Vale de Lobos), leg. D. Luiza Ambrioso, januario, 1951.

Sociis *Rhynchostoma gnatostomatica* n. sp. et *Coniothyrio sphaerospermo* Fck.

Obs.: *pycnidiis 380-500 × 170-330 μ.; sporophoris 13,5-17,5 × × 1,25 μ.; sporulis 7,5-10 × 2-2,5 μ.*

Phomopsis magnoliicola Died., in Grv., *Sphaeropsid.*, I, 200; *Phoma magnoliicola* Syd., in Sacc., *Syll.*, XVI, 857; Allesch., *Sphaerioid.*, VII, 812; *Phomopsis viridarii* (Sacc.) Trav. et Spes., in Sacc. et Trott., *Syll.*, XXII, 898; *Phoma viridarii* Sacc., *Syll.*, III, 89.

Phoma magnoliicola Syd., in Trav. et Spes., *Fl. Mic. Port.*, 99.

Alm. et S. Cam., *Mycofl. Lusit.*, III, IV et V, 34, n. 335.

Ad ramulos *Magnoliae grandiflorae* L., leg. Maria Rosália de Sousa Dias, in Lisboa (ad Hortum Botanicum Facultatis Scientiarum), januario, 1951.

Obs.: *pycnidiis 280-400 × 180-190 μ.; sporophoris 30-50 × × 1,25-1,50 μ.; sporulis, 7,5-10 × 2-2,5 μ.*

An f. *macrosporophora ?*

Socia *Botryosphaeria Berengeriana* De Not.

Phomopsis occidentalis (Sacc.) Trav. — (*Myc. Lusit.*, IX, 59).

Ad ramulos *Cesalpiniae pulcherrimae* Swartz., in Lisboa (ad

Hortum Botanicum Colonialem Ajudensis), leg. Maria Rosália de Sousa Dias, majo, 1951.

Socio *Fusario lateritio* Nees.

Obs.: *pycnidiis interdum sparsis, plerumque gregariis, globoso--depressis, sursum nigerrimis, cum excipulo crasso, 370-430 × 260--300 μ.; sporophoris filiformibus, fasciculatis, erectis, achrois, 25--32,5 × 2 μ.; sporulis fusoideis, rectis, utrinque attenuatis, biguttulatis, hyalinis, 8-10 × 2-2,5 μ.*

* 14) **Phomopsis Polygalae-myrtifoliae** (P. Henn.) n. nom.; *Phoma Polygalae-myrtifoliae* P. Henn., in Sacc. et P. Syd., *Syll.*, XVI, 859; Allesch., *Die Pilze*, VII, 819.

Ad ramulos *Polygalae myrtifoliae* L., in Lisboa (Tapada das Necessidades), leg. Maria Rosália de Sousa Dias, julio, 1951.

Obs.: *Pycnidiis 175-230 × 145-175 μ.; sporophoris 15-20 × × 1,25-1,5 μ.; sporulis 7,5-10 × 2,5-3 μ.*

Phomopsis Sophorae (Sacc.) Trav. — (*Myc. Lusit.*. VIII, 304).

Ad ramulos *Sophorae japonicae* L., in Lisboa (Tapada das Necessidades), leg. Maria Rosália de Sousa Dias, julio, 1951.

Obs.: *pycnidiis 300-400 × 170-210 μ.; sporophoris usque 20 μ. longis; sporulis 7,5-10 × 2,25-3 μ.*

* 15) **Phomopsis viticola** Sacc., in *Ann. Mycol.*, XIII, (1915), 118; *Phoma viticola* Sacc., *Syll.*, III, 79; *Phoma viniferae* Cke., in Sacc., *Syll.*, X, 152; Allesch., *Die Pilze*, VI, 258; *Phomops. viticola* Sacc., in Grv. *Sphaeropsid.*, I, 237.

Ad ramulos *Vitis viniferae* L., in Ribatejo (Azambuja) leg. D. Amarilis Alberty de Mendonça, julio, 1951.

Obs.: *pycnidiis 250-350 × 150-220 μ.; sporophoris 12,5-14 × × 2-2,5 μ.; sporulis, 8-10,5 × 3-3,75 μ.*

Phyllosticta Pers.

Phyllosticta Bougainvilleae S. Cam. — (*Myc. Lusit.*, XII, 200).

Ad folia *Bougainvilleae* sp., pr. Vila Viçosa, leg. S. Câmara, januario, 1951.

Obs.: *pycnidiis 60-140 × 50-120 μ.; sporulis 5,5-7,5 × 2,5-3 μ.*

Phyllosticta disciformis Penz. (*Myc. Nv. Mycofl. Lusit. Ign.*, 6, n. 20).

Ad folia *Citri Limoni* Risso, in Vila Viçosa (Alentejo), leg. S. Câmara, majo, 1951.

Socio *Gloeosporio Aurantiorum* Westd.

Obs.: *pycnidiis 80-110×75-102,5 μ.; sporulis 7-9,5×3-4,5 μ.*

* 16) **Phyllosticta hydrophila** Speg., in Sacc., *Syll.*, III, 56; Allesch., *Sphaerioid.*, VI, 133; Grv., *Sphaeropsid.*, I, 31.

In foliis languidis *Nymphaeae albae* L., pr. Sintra (Parque da Pena), leg. Maria Rosália de Sousa Dias, novembri, 1950.

Sociis *Gloeosporio Nymphaearum* Allesch. et *Pestalozzia funerea* Desm.

Obs.: *pycnidiis 100-150 μ. diam.; sporulis 3,75-5,5×1,5-2 μ.*

* 17) **Phyllosticta ilicicola** Passer., in Sacc., *Syll.*, III, 118; Allesch., *Sphaerioid.*, VI, 76; Grv., *Sphaeropsid.*, I, 24.

Ad folia *Quercus alnifoliae* Poech., in Lisboa (ad Hortum Botanicum Facultatis Scientiarum), leg. Maria Rosália de Sousa Dias, januario, 1950.

Obs.: *maculis rotundis, brunneis, arescendo aliquantum griseo-cinereis, castaneo-marginatis; pycnidiis globoso-depressis, 125-200 μ. diam.; sporulis biguttulatis, 6-7,5×2-2,5 μ.*

Phyllosticta phillyrina Thüm., *Fl. Myc. Lusit.*, III, 47, n. 598; Sacc., *Syll.*, III, 23; Allesch., *Sphaerioid.*, VI, 64.

Colm., *Enum. Revis. Pl. Penins. Hisp.-Lusit.*, V, 714; Sacc., *Consp. Fung. Lusit.*, 46; Trav. et Spes., *Fl. Mic. Port.*, 103; Unam., *Esferopsid. Penins. Iber.*, 39, n. 158.

Ad folia *Phillyreae angustifoliae* L., in Serra da Arrábida, leg. Dr.ª D. Maria de Lourdes de Oliveira, martio, 1951.

Socia *Septoria Phillyreae* Thüm.

Obs.: *sporulis 4,4-6×2-3 μ.*

* 18) **Phyllosticta Rondeletiae** F. Tassi (?), in Sacc. et D. Sacc., *Syll.*, XVIII, 236.

Ad folia *Rondeletiae Amaenae* Remsl., in Lisboa (ad Hortum Botanicum Facultatis Scientiarum), leg. D. Maria Tereza Lucas, januario, 1951.

Obs.: *pycnidiis aliquantum clypeatis, globoso-depressis, subsimiliter Phomopsis, sicut videtur, 95-185 µ.; sporophoris minimis; sporulis ellipsoideis, biguttulatis, 6,5-8 × 2,5-3 µ.*

* 19) **Phyllosticta strelitziaecola** Allesch., *Sphaerioid.*, VII, 780; *Phoma Strelitziae* Thüm., var. *major* F. Tassi; Sacc. et P. Syd., *Syll.*. XIV, 888.

Ad folia *Strelitziae Augustae* Thumb., in Lisboa (ad Hortum Botanicum Facultatis Scientiarum), leg. D. Maria Tereza Lucas, januario, 1951.

Socia *Macrophyllosticta Ensetes* (Sacc. et Scal.) n. nom. et *Microdiplodia Strelitziae* Frag.

Obs.: *sporulis 5,5-7 × 1,25-2.5 µ.*

Species pura in *Mycofl. Lusit.* jam memorata fuit.

Pyrenochaeta De Not.

** 20) **Pyrenochaeta oligotricha** n. sp. — (Tab. III, fig. 1-3).

Pycnidiis epidermide tectis, globoso-piriformibus, fuscis, excipulo tenui, circa ostiolum setulis parce numerosis, rigidulis septulastique, 95-185 × 70-140 µ.; sporulis ellipsoideis ovoideisve, utrinque rotundatis, rectis, biguttatis, continuis, hyalinis, 3,75-5 × 2,5-3 µ.

Socia *Diplodina ventricosa* (Penz. et Sacc.) Allesch.

In ramis *Acaciae* sp., pr. Sintra (Parque da Pena) leg. Marques Gomes, martio, 1951.

Strasseria Bres. et Sacc.

Strasseria Rusci S. Cam. et Luz — (*Myc. Lusit.*, XI, 138).

In foliis *Rusci aculeati* L. pr. Cascais (Parque Palmela), leg. D. Luiza Ambrioso, septembri, 1950.

Socia *Leptosphaeria Convallariae* Alm. et S. Cam., f. *Rusci.* Alm. et S. Cam.

Obs.: *pycnidiis 115-135 × 70-130 µ.; sporulis 10-15 × 55-9 µ.*

** 21) **Strasseria Sequoiae** n. sp. — (Tab. III, Fig. 4-6).

Pycnidiis hypophyllis, nuquam in maculis dispositis, rotundatis interdumque ellipsoideis, poro pertusis, excipulo crasso, nigro, 165-220 × 155-200 µ.; sporulis rotundatis vel subovoideis, episporo crassiusculo, rectis, eguttulatis, continuis, chlorino-hyalinis, 8,75-10 × 7-7,5 µ.; setula plus minusve conoidea, apice filiformi, 3,75-4 µ.

In foliis *Sequoiae* sp., pr. Sintra (Parque da Pena), leg. Maria Rosália de Sousa Dias, novembri, 1950.

Socia *Pestalozzia funerea* Desm.

Phaeosporae Sacc.

Coniothyrium Crd.

* 22 **Coniothyrium Acaciae** Trott., in D. Sacc., et Trott., *Syll.*, XXV, 238.

In ramis *Acaciae* sp., pr. Sintra (Parque da Pena), leg. Maria Rosália de Sousa Dias, julio, 1951.

Obs.: *pycnidiis 270-320×250-310 μ.; sporophoris non visis; sporulis globosis vel aliquantum ovoideis, 6-8×5,5-7 μ.*

Coniothyrium Fuckelii Sacc. — (*Myc. Lusit.*, XII, 201).

In ramulis *Rosae* sp., pr. Queluz (Vale de Lôbos), leg. D. Luiza Ambrioso, januario, 1951.

Obs.: *pycnidiis 95-125×57,5-82,5 μ.; sporulis 3-4,5×2,5-3 μ.*

Valde affinis *Coniothyr. Rosarum* Cke. et Harkn.

Coniothyrium sphaerospermum Fck. — (*Myc. Juresi,* 109, n. 70).

In ramulis aculeisque *Ulicis minoris* Roth, pr. Queluz (Vale de Lôbos), leg. D. Luiza Ambrioso, januario, 1951.

Sociis *Rhynchostoma gnatostomatica* n. sp. et *Phomopsi ligulata* Grv.

Obs.: *pycnidiis 105-205×60-155 μ.; sporulis 2-3,75×1,25-2,5 μ.*

Microhaplosporella S. Cam.

** 23) **Microhaplosporella Broussonetiae** n. sp. (Tab. III, Fig. 7-8).

Peritheciis caespitose aggregatis in stromate erumpentibus, multilocellatis, irregularibus, membranaceo-crassiusculis, atris; sporophoris numerosissimis, erectis, plus minusve cylindraceis, achrois, longiusculis, usque 26 μ.; sporulis copiosissimis, ellipsoideis ovoideisque, utrinque rotundatis, rectis, interdum biguttulatis, olivaceis, 5,5-7×3-3,75 μ.

Ad ramulos *Broussonetiae papyriferae* (L.) Vent., in Lisboa

(ad Hortum Colonialem Ajudensis), leg. Maria Rosália de Sousa Dias, majo, 1951.

Socia *Botryodiplodia anceps* Sacc. et Syd.

Hyalodidymae Sacc.

Ascochyta Lib.

Ascochyta Pisi Lib. — (*Myc. Lusit.*, XII, 202).

In leguminibus *Pisi sativi* L., in Mercatu Olisipponense, leg. Prof. Dr. Branquinho de Oliveira, martio, 1951.

Obs.: *sporulis 12-17,5 × 3,5-5 μ.*

* 24) **Ascochyta volubilis** Sacc. et Malbr., in Sacc., *Syll.*, III, 404; Allesch., *Die Pilze*, VI, 692.

In foliis *Muehlenbeckiae Platycladae* Meissn., in Lisboa (ad Hortum Botanicum Facultatis Scientiarum, leg. Maria Rosália de Sousa Dias, januario, 1951.

Obs.: *maculis apicalibus, cinerescentibus; pycnidiis rare gregariis, plerumque solitariis, 100-155 × 80-145 μ.; sporulis initio continuis, dein medio septatis, 8-10 × 3-3,75 μ.*

Diplodina West.

* 25) **Diplodina Evonymi** (Oud.) Allesch., *Die Pilze*, VI, 686; *Ascochyta Evonymi* Oud., in Sacc., *Syll.*, XI, 523.

Ad ramulos *Evonymi japonici* L., in Lisboa (Tapada das Necessidades), leg. Maria Rosália de Sousa Dias, julio, 1951.

Obs.: *pycnidiis 160-260 × 160-240 μ.; sporulis ellipsoideis, 6,6-10 × 3-3,75 μ.*

* 26) **Diplodina Rhodotypi** Hollós (?), in Sacc. et Trott., *Syll.*, XXII, 1038.

Ad ramulos *Kerriae japonicae* DC., in Vila Viçosa (Alentejo), leg. S. Câmara, majo, 1951.

Obs.: *pycnidiis saepe consociatis interdumque sparsis, plerumque orbicularibus, 80-160 × 65-150 μ.; sporulis longe-ellipsoideis, biguttulatis, chlorinis, 7,5-11 × 2-3,5 μ.*

An *Diplodina Rhodotypi* Hollós vel n. sp. ?

* 27) **Diplodina ventricosa** (Penz. et Sacc.) Allesch., *Sphaerioid.*, VI, 676; *Ascochyta ventricosa* Penz. et Sacc., *Syll.*, III, 394.

In ramulis *Acaciae* sp., pr. Sintra (Parque da Pena), leg. Marques Gomes, martio, 1951.

Socia *Pyrenochaeta oligotricha* n. sp.

Obs.: *sporulis interdum leniter constrictis, biguttulatis, chlorinis, 7,5-11 × 3-3,75 μ.*

Phaeodidymae Sacc.

Botryodiplodia Sacc.

* 28) **Botryodiplodia anceps** Sacc. et Syd., in D. Sacc., Trav. et Trott., *Syll.*, XXV, 314.

Ad ramulos *Broussonetiae papyriferae* (L.) Vent., in Lisboa (ad Hortum Botanicum Colonialem Ajudensis), leg. Maria Rosália de Sousa Dias, majo, 1951.

Socia *Microhaplosporella Broussonetiae* n. sp.

Obs.: *pycnidiis 600-900 × 340-690 μ.; sporophoris 10-13 × 5 μ.; sporulis diu continuis, ellipsoideis, hyalinis guttulatisque, dein uniseptatis, non constrictis, ochraceo-fuscis, 17,5-25 × 10-12,5.*

* 29) **Botryodiplodia majuscula** Sacc., in Sacc. et D. Sacc., *Syll.*, XVIII, 333.

Ad ramulos *Quercus* sp., pr. Tomar, leg. D. Maria Tereza Lucas, decembri, 1951.

Obs.: *sporophoris minutis, maxime 7 μ. longis; sporulis plerumque continuis hyalinisque, rarissime uniseptatis brunneisque, 25,5--29 × 12,5-15 μ.*

An f. *microsterigmatica?*

Botryodiplodia pyrenophora Sacc. — (*Myc. Lusit.*, XII, 203).

In ramis fructibusque *Eriobotryae Japonicae* Lindl., pr. Setubal, leg. D. Amarilis Alberty de Mendonça, majo, 1951.

Obs.: *pycnidiis 270-300 × 210-290 μ.; sporulis diu continuis, immaturis, rarissime uniseptatis, 17-24 × 9-10,5 μ.*

Diplodia Fr.

* 30) **Diplodia pinnarum** Passer., in Sacc., *Syll.*, III, 371; Allesch., *Die Pilze*, VII, 91.

Ad folia *Butiae capitatae* (Mart.) Bex., in Lisboa (ad Hortum Botanicum Facultatis Scientiarum), leg. Maria Rosália de Sousa Dias, januario, 1951.

Sociis *Cytospora Palmarum* Cke., *Microdiplodia Palmarum* Died. et *Pestalozzia Palmarum* Cke.

Obs.: *sporulis valide constrictis, majoribus, 12,5-21 × 5,5-6,25* μ.

An f. *macrospora ?*

Microdiplodia Allesch.

* 31) **Microdiplodia Cercidis** Died., in D. Sacc., Trav. et Trott., *Syll* XXV, 300.

In ramulis *Acaciae* sp., pr. Sintra, leg. Maria Rosália de Sousa Dias, majo, 1950.

Obs.: *pycnidiis 200-220 × 150-180* μ.; *sporophoris (an baculiformibus ?) 2,5-3,75 longis; sporulis diversiformibus: ovoideis, ellipsoideis, clavoideis subcylidraceisve, 8,5-10 × 4-5* μ.

Microdiplodia microsporella Allesch. — (*Myc. Lusit.*, X, 183).

In aculeis *Acaciae* sp., pr. Cascais (Parque Palmela), leg. D. Maria Tereza Lucas, decembri, 1950.

Obs.: *pycnidiis 195-220* μ. *diam.; sporulis 9,5-12,5 × 3,75-5* μ.

Microdiplodia Palmarum Died. — (*Myc. Lusit.*, XI, 144).

In foliis *Butiae capitatae* (Mart.) Bex., in Lisboa (ad Hortum Botanicum Facultatis Scientiarum), leg. Maria Rosália de Sousa Dias, januario, 1951.

Obs.: *sporulis 7,5-10 × 4,5-5* μ.

* 32) **Microdiplodia Strelitziae** Frag., *Bol. R. Soc. Esp. Hist. Nat.*, XVII (1917), 309; D. Sacc., Trav. et Trott., *Syll.*, XXV, 303.

In foliis *Strelitziae Augustae* Thumb., in Lisboa (ad Hortum Botanicum Facultatis Scientiarum), leg. D. Maria Tereza Lucas, januario, 1951.

Sociis *Macrophyllosticta Ensetes* (Sacc. et Scal.) n. nom. et *Phyllosticta strelitziaecola* Allesch.

Obs.: *sporulis 7,8-10,4 × 4-5* μ.

Phaeophragmiae Sacc.

** **Microhendersonula** n. gen.

A genus *Hendersonula* differt *sporulis minoribus usque 15 μ. longis.*

Exempli gratia: *Hendersonula morbosa* Sacc. (*Syll.*, III, 445).

** 33) **Microhendersonula Cestri** n. sp. (Tab. IV, fig. 1-3).

Pycnidiis stromatibus, dothideaceis, subglobosis, excipulo crasso, nigris, 140-200 × 110-170 μ.; sporophoris dolioliformibus, achrois, minimis, 3-4 × 2,5-3 μ.; sporulis plerumque ellipsoideis interdumque clavoideis, rectis vel leniter curvulis, utrinque rotundatis, triseptatis, non constrictis, brunneo-luteis, 9-12,5 × 3,75-5 μ.

Ad ramulos *Cestri fasciculati* Miers, in Lisboa (ad Hortum Botanicum Facultatis Scientiarum), leg. Maria Rosália de Sousa Dias, januario, 1951.

Socio *Phomopsi Cestri* Syd.

Phaeodictyae Sacc.

Camarosporium Schulz.

* 34) **Camarosporium Thujae** Hollós, in Sacc. et Trott., *Syll.*, XXII, 1082.

Ad ramulos *Thujae* sp. (an *occidentalis* L. ?), in Lisboa (Tapada das Necessidades), leg. Maria Rosália de Sousa Dias, julio, 1951.

Obs.: *pycnidiis 310-370 × 280-310 μ.; sporulis 11-16 × 5,5-7 μ.*

Scolecosporae Sacc.

Rhabdospora Dur. et Mont.

* 35) **Rhabdospora pleosporoides** Sacc., var. **Bosciana** Sacc., *Syll.*, III, 588; Allesch., *Die Pilze*, VI, 896.

In caulibus *Dianthi* sp., pr. Pegões, leg. D. Maria de Lourdes Borges, octobri, 1951.

Obs.: *pycnidiis 65-100 × 50-75 μ.; sporulis 20-27,5 × 2-2,5 μ.*

Septoria Fr.

Septoria Gladioli Passer. — (*Mycofl. Lusit.*, XII, 60).

Ad folia *Gladioli* sp., in Lisboa (Campo Grande), junio, 1951.

Obs.: *pycnidiis 100-145×95-100 μ.; sporulis diu continuis, dein septulatis, fere indistinctis, an adhuc immaturis ?, 42,5-67,5× ×2,2-2,5 μ.*

Septoria Leucanthemi Sacc. et Speg. — (*Myc. Lusit.* VIII, 117, n. 361).

In foliis *Chrysanthemi* sp., pr. Sacavém (ad Hortum Stationis Agronomicae Lusitaniae), leg. Loureiro Ferreira, novembri, 1951.

Obs.: *pycnidiis 125-205× 115-180 μ.; sporulis 75-127,5×3-3,75- μ.*

Septoria Lycopersici Speg., f. **italica** Ferrar. — (*Myc. Lusit.*, VIII, 314, n. 456).

In foliis languidis *Solani Lycopersici* L., pr. Moura (Alentejo), leg. D. Amarilis Alberty de Mendonça, majo, 1951.

* 36) **Septoria Muscari** P. Brun., in Sacc. et P. Syd., *Syll.*, XIV, 979; Allesch., *Die Pilze*, VI, 818.

In foliis *Muscari* sp., pr. Tavira (Algarve), leg. Bento Rainha, martio, 1951.

Obs.: *pycnidiis 100-170×90-155 μ.; sporulis parum crassioribus, 30-62,5×3-3,75 μ.*

Septoria Phillyreae Thüm., *Fl. Myc. Lusit.*, III, 51, n. 614; Sacc., *Syll.*, III, 496; Allesch., *Die Pilze*, VI, 826.

Colm., *Enum. Revis. Pl. Penins. Hisp.-Lusit.*, V, 721; Sacc., *Consp. Fung. Lusit.*, 52; Trav. et Spes., *Fl. Mic. Port.*, 113; Unam., *Esferopsid. Penins. Iber.*, 252, n. 1141.

Ad folia *Phillyreae angustifoliae* L., in Serra da Arrábida, leg. Dr.ª D. Maria de Lourdes de Oliveira, martio, 1951.

Socia *Phyllosticta phillyrina* Thüm.

Obs.: *pycnidiis 220-580×90-300 μ.; sporulis cylindraceis, continuis, sicut videtur, 45-71×2-3 μ.*

An f. *continua* vel n. sp. ?

Sphaerographium Sacc.

** 37) **Sphaerographium Dombeyae** n. sp. — (Tab. IV, fig. 4-6).

Pycnidiis immersis, sparsis gregariisve, globoso-depressis, excipulo delicato, rostro plus minusve conoideo longoque, nigris 250--630 × 150-310 μ.; sporophoris non visis; sporulis filiformibus, curvulis, rare rectis, utrinque attenuatis, continuis, eguttulatis, hyalinis, 21-27,5 × 1,25-2 μ.

Ad ramulos *Dombeyae* sp., in Lisboa (ad Hortum Botanicum Facultatis Scientiarum), leg. Maria Rosália de Sousa Dias, januario, 1951).

NECTRIOIDACEAE Sacc.

Hyalophragmiae Sacc.

Stagonopsis Sacc.

** 38) **Stagonopsis Ulicis** n. sp. — (Tab. IV, fig. 7-8).

Pycnidiis globosis, excipulo delicato, atro-purpureis, 210-320 × × 190-290 μ.; sporophoris nullis vel absentibus; sporulis clavoideis, utrinque rotundatis, triseptatis, saepe medio constrictis hyalinis, 20-22,5 × 7-7,5 μ.

In ramulis aculeisque *Ulicis minoris* Roth, pr. Queluz (Vale de Lobos), leg. D. Luiza Ambrioso, januario, 1951.

Sociis *Rhynchostoma Ulicis* n. sp., *Phomopsi ligulata* Grv. et *Coniothyrio sphaerosperma* Fck.

MELANCONIALES (Crd.) Sacc. et Trav.

MELANCONIACEAE (Crd.) Sacc. et Trav.

Hyalosporae Sacc.

Colletotrichum Crd.

* 39) **Colletotrichum Anthurii** Delacr., *Bull. Soc. Myc. Fr.*, XIII (1897), 110, tab. VIII, fig. D; Sacc. et P. Syd., *Syll.*, XIV, 1016; Allesch., *Die Pilze*, VII, 556, *Gloeosporium Anthurii* Allesch., *l. c.*, VII, 556; Sacc. et P. Syd., *Syll.*, XIV, 1011.

In foliis *Anthurii* sp., pr. Sintra, leg. D. Natalina Santos Azevedo, novembri, 1951.

Obs.: *acervulis 130-235 μ. diam.; setis atris, 80-95 × 3 μ.; conidiis 17,5-24,5 × 4.5-6 μ.*

Colletotrichum gloeosporioides Penz. — (*Myc. Lusit.*, VIII, 316).

In fructibus *Citri Aurantii* L., pr. Lisboa, leg. Maria Rosália de Sousa Dias, aprili 1951.

Obs.: *acervulis 150-190 μ. diam.; setulis cylindraceis, parce septulatis, apice rotundato, 37,5-72,5 × 3,75-5 μ.; conidiis 15-18,75 × × 4,5-6 μ.*

** 40) **Colletotrichum oligotrichum** n. sp. —(Tab. IV, fig. 9-10).

Acervulis innato-erumpentibus, plano-convexiusculis, oblongis, nigris, grandiusculis, 145-250 × 75-90 μ.; setulis parce numerosis, cuspidatis, dissociatis, parum septatis, rectis curvulisve, fusco-brunneis, 30-85 × 2,5-5 μ.; sporophoris cylindraceis, fasciculatis, sursum rotundatis, achrois, 14-16 × 4,5-5 μ.; conidiis acrogenis, ovoideo-cylindraceis, rectis, utrinque rotundatis, plerumque grosse biguttatis, hyalinis, 15-19 × 4,5-55 μ.

In ramulis *Passiflorae coeruleae* L., pr. Sintra (Parque da Pena), leg. Maria Rosália de Sousa Dias, julio, 1951.

Gloeosporium Desm. et Mont.

Gloeosporium Aurantiorum Westd. — (*Myc. Lusit.*, IV, 42).

In foliis *Citri Limoni* Risso, in Villa Viçosa (Alentejo), leg. S. Camara, majo, 1951.

Obs.: *sporophoris usque 15,5-2 μ.; sporulis 10-20 × 5 μ.*

Socia *Phyllosticta disciformis* Penz.

* 41) **Gloeosporium Nymphaearum** Allesch., in Sacc. et P. Syd., *Syll.*, XIV, 1004; *Ascochyta Nymphaeae* Passer. (sec. Died., in *Ann. Mycol.*, X, 136); *Gloeospor. Nymphaearum* Allesch., in Grv., *Sphaeropsid. et Melanc.*, II, 217.

In foliis *Nymphaeae albae* L., pr. Sintra (Parque da Pena), leg. Maria Rosália de Sousa Dias, novembri, 1950.

Sociis *Phyllosticta hydrophila* Speg. et *Pestalozzia funerea* Desm.

Obs.: *conidiis 20-23 × 4,5-5 μ. An immaturis?*

* 42) **Gloeosporium quercinum** Westd., in Sacc., *Syll.*, III, 714; *Gloeospor. umbrinellum* Berk. et Br., in Cke., *Handb.*, 475; *Gloeospor. quercinum* Westd., in Allesch., *Die Pilze*, VII, 496; Grv., *Sphaeropsid., Melancon.*, II, 222.

In maculis foliorum *Quercus cocciferae* L., pr. Portinho (Serra da Arrábida), leg. D. Maria de Lourdes Borges, octobri, 1951.

Obs.: *acervulis 105-225 × 50-110 µ.; sporophoris usque 19,5 × × 2 µ., sicut videtur; conidiis 12,5-17,5 × 4-5,5 µ.*

Phaeosporae Sacc.

Coniosporium Lk.

** 43) **Coniosporium fuscum** n. sp. — (Tab. IV, fig. 11-12).

Maculis foliorum cinerescentibus, castaneo-cinctis; acervulis plerumque epiphyllis, sparsis, superficialibus, fuscis, majusculis, 85-250 µ; conidiis copiosis, globoso-ellipsoideis, utrinque rotundatis, aliquantum opacis, enucleatis, fuscis, 4,5-6,5 × 3,75-5 µ.

Ad folia *Bromeliae* sp., pr. Sintra (Parque da Pena) in caldariis, leg. Maria Rosália de Sousa Dias, julio, 1951.

Socia *Pestalozzia funerea* Desm.

Phaeophagmiae Sacc.

Coryneum Nees.

Coryneum microstictum Berk. et Br. — (*Myc. Lusit.*, XII, 211).

In ramulis *Piri communis* L., pr. Chaves (Trás-os-Montes), leg. Prof. Dr. Branquinho de Oliveira, majo, 1951.

Obs.: *acervulis 300-500 × 100-230 µ.; conidiis 13-21 × 5-7 µ.*

Pestalozzia De Not.

Pestalozzia funerea Desm. — (*Myc. Lusit.*, X, 187).

In foliis *Nymhaeae albae* L., Pr. Sintra (Parque da Pena), leg. Maria Rosália de Sousa Dias, novembri, 1950.

Sociis *Phyllosticta hydrophila* Speg. et *Gloeosporio Nymphaearum* Allesch.

Pestalozzia Palmarum Cke., in Sacc. *Syll.*, III, 796; *Pestalotia Palmarum* Cke., in Grv., *Sphaeropsid.* et *Melancon.*, II, 351.

Trav. et Spes., *Fl, Mic. Port.*, 119.

Sac., *Fl. Myc. Lusit.*, XII, 15, n. 116.

In foliis *Butiae capitatae* (Mart.) Bex., in Lisboa (ad Hortum botanicum Facultatis Scientiarum), leg. Maria Rosália de Sousa Dias, januario, 1951.

Socia *Microdiplodia Palmarum* Died.
Obs.: *conidiis 15-17 × 6 μ.*

HYPHALES (Mart.) Sacc. et Trav.

TUBERCULARIACEAE Ehrb.

Hyalosporae Sacc.

Tubercularia Tode.

Tubercularia vulgaris Tode — (*Myc. Lusit.*, VI, 141).
In foliis *Rubi* sp., pr. Parede (Ribeira de Caparide), leg. Loureiro Ferreira, decembri, 1951.
Socio *Phragmidio violaceo* (Schultz.) Wint.
Obs.: *conidiis 7,5-8,75 × 2,5-3 μ.*

Hyalophragmiae Sacc.

Fusarium Lk.

Fusarium lateritium Nees. — (*Myc. Lusit.*, VII, 123).
Ad ramulos *Caesalpiniae pulcherrimae* Swartz., in Lisboa (ad Hortum Botanicum Colonialem Ajudensis), leg. Maria Rosália de Sousa Dias, majo, 1951.
Socio *Phomopsi occidentale* (Sacc.) Trav.
Obs.: *conidiis triseptatis, 17,5-29,5 × 3-4,5 μ.*

Phragmosporae Sacc.

Ceratophorum Sacc.

44) **Ceratophorum setosum** O. Kirchner, in Sacc., *Syll.*, XI, 622; Lind., *Hyphomyc.*, II, 24, c. icon.
In caulibus *Lupini lutei* L., pr. Pégões, leg. Magalhães Silva, martio, 1951.
Socia *Botrytis cinerea* Pers.
Obs.: *conidiis 67,5-80 × 18-20 μ.*

Helminthosporium Lk.

* 45) **Helminthosporium Smithii** Berk. et Br., in Sacc., *Syll.*, IV, 416; Lind., *Hyphomyc.*, II, 58.

In ramis *Ilicis Aquifolii* L., pr. Sintra (Parque da Pena), leg. Maria Rosália de Sousa Dias, julio, 1951.

Socia *Vialaea insculpta* (Fr. ?) Sacc.

Obs.: *conidiis 185-310×15-17,5* μ.

Scolecosporae Sacc.

Cercospora Fr.

Cercospora depazeoides (Desm.) Sacc. var. **amphigena** S. Cam. — (*Myc Lusit.*, VIII, 319).

Ad folia *Sambuci nigrae* L., in Serra de Sintra, leg. Dr.ª D. Maria de Lourdes de Oliveira, novembri, 1950.

Obs.: *conidiis 57,5-101×4,5-5* μ.

MUCEDINACEAE Lk.

Hyalosporae Sacc.

Botrytis Mich.

Botrytis cinerea Pers. — (*Mycofl. Lusit.*, VIII et IX, 88, n. 197 a).

In caulibus *Lupini lutei* L., pr. Pégões, leg. Magalhães Silva, martio, 1951.

Socio *Ceratophoro setoso* O. Kirchner.

Obs.: *conidiis 10-16×6-7* μ.

Phaeosporae Sacc.

Sterigmatocystis Cram.

Sterigmatocystis nigra v. Tiegh. — (*Mycofl. Lusit.*, VIII et IX, 90, n. 199).

In squamis *Allii Cepae* L., pr. Sacavém (ad Hortum Stationis Agronomicae Nationalis), leg. Tristão Melo Sampaio, februario, 1951.

Obs.: *conidiis gobosis, 3,5-5* μ.

EXPLICATIO TABULARUM

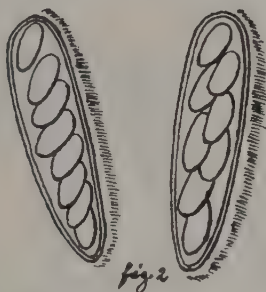
Cryptosporella Corynocarpi (Tab. I, fig. 1-4),
Rhynchostoma gnatostomatica (Tab. II, fig. 1-3),
Hysterium Rosmarini (Tab. I, fig. 5-8),
Fusicoccum Corynocarpi (Tab. II, fig. 4-5),
Macrophyllosticta coryneoidea (Tab. II, fig. 6-7),
Pyrenochaeta oligotricha (Tab. III, fig. 1-3),
Strasseria Sequoiae (Tab. III, fig. 4-6),
Microhaplosporella Broussonetiae (Tab. III, fig. 7-8),
Microhendersonula Cestri (Tab. IV, fig. 1-3),
Sphaerographium Dombeyae (Tab. IV, fig. 4-6),
Stagonopsis Ulicis (Tab. IV, fig. 7-8),
Colletotrichum oligotrichum (Tab. IV, fig. 9-10),
Coniosporium fuscum (Tab. IV, fig. 11-12).

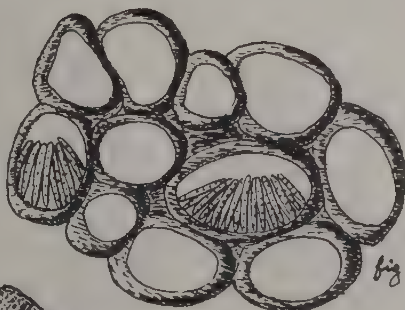
EMENDATIONES

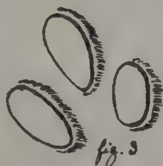
Pag. 102, lin. 1 Uromycetes lege: Uromyces
Pag. 107, lin. 11 Corycocarpi lege: Corynocarpi

Pag. 122, sub n.º 43, Coniosporium fuscum n. sp. non MELANCONIACEARUM sed DEMATIACEARUM est species, in pag. 123 post Fusarium lateritium Nees inserenda sub: DEMATIACEAE, cum: Ceratophorum setosum O. Kirchner (sub n.º 44), Helminthosporium Smithii Berk. et Br. (sub n.º 45) et Cercospora depazeoides (Desm.) Sacc. var. amphigena S. Cam. (pag. 124).

Tab. I



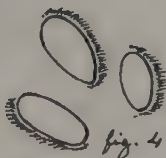


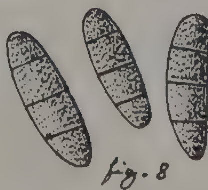




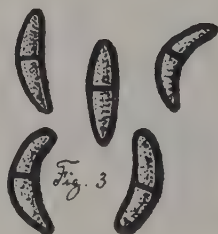


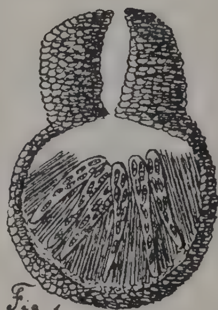




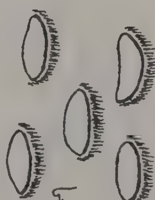


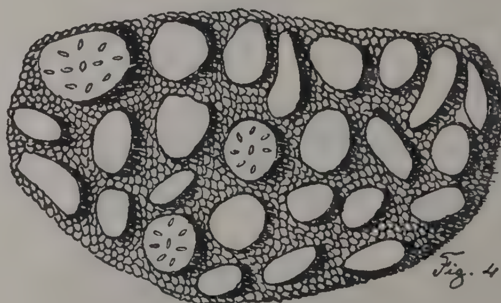
Tab. II

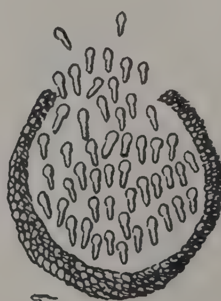


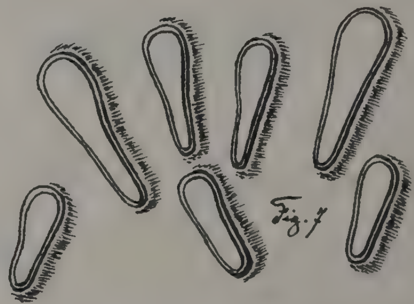


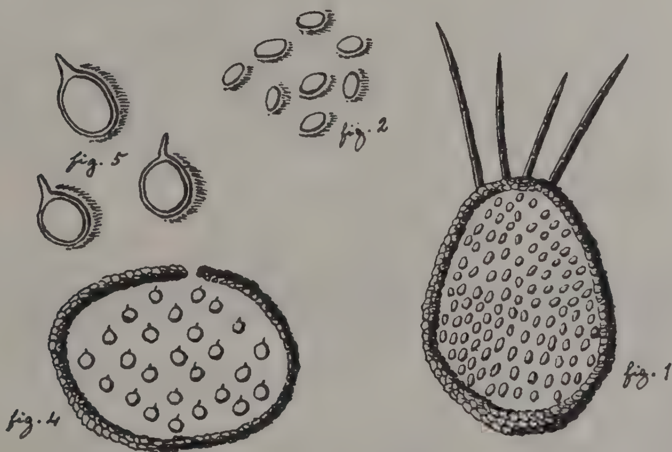


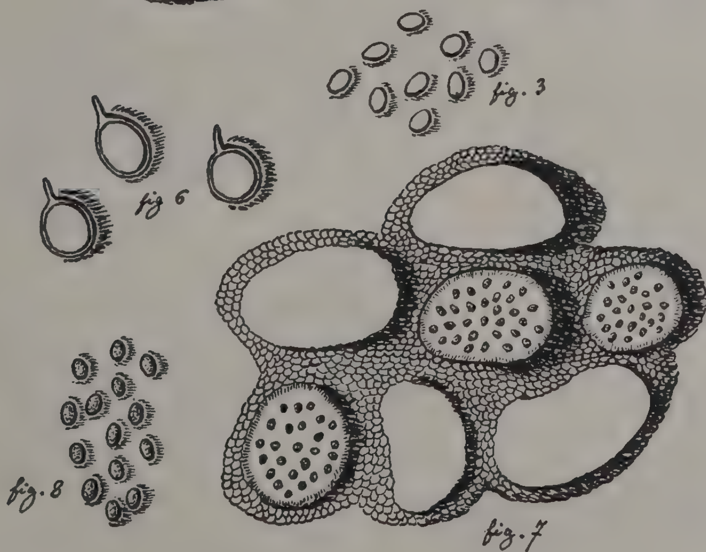









fig. 2
fig. 5
fig. 1
fig. 4


fig. 3
fig 6
fig. 8
fig. 7

Tab. IV

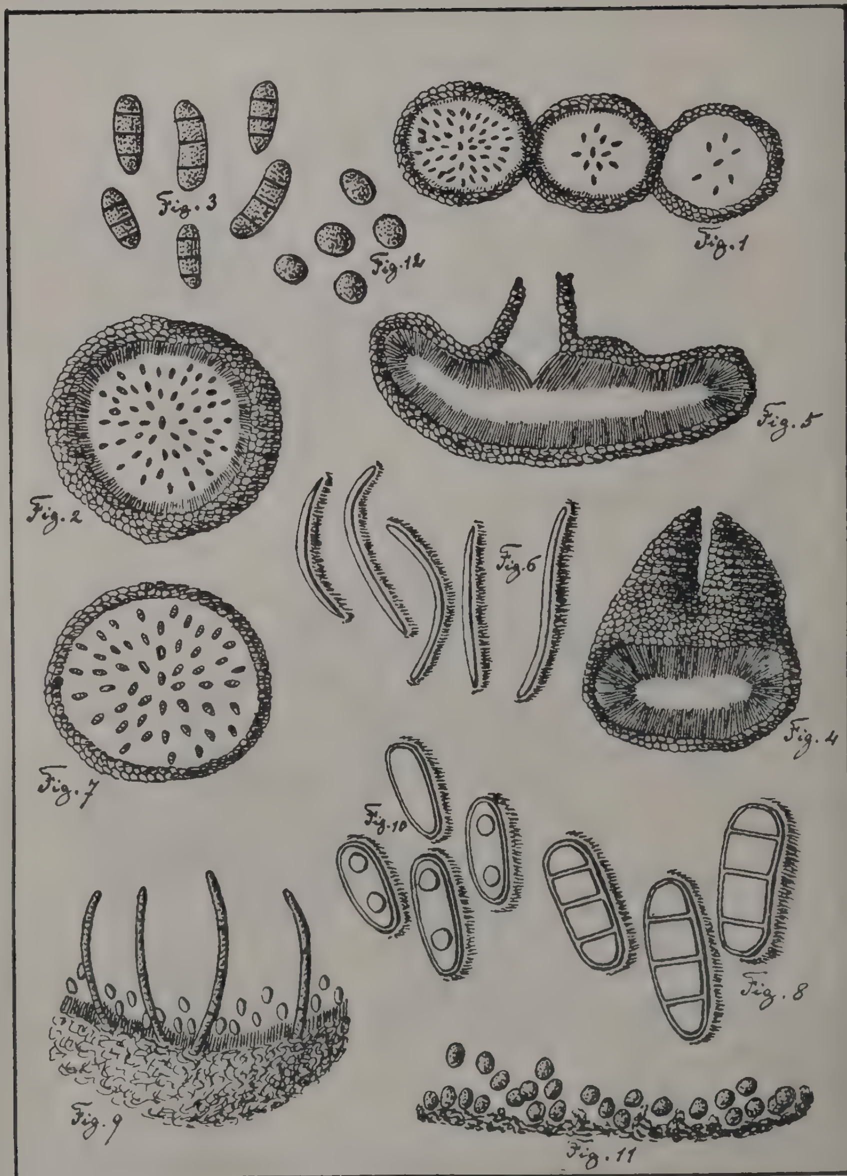


Fig. 1
Fig. 2
Fig. 3
Fig. 4
Fig. 5
Fig. 6
Fig. 7
Fig. 8
Fig. 9
Fig. 10
Fig. 11
Fig. 12

CAULINITE E HALOISITE

SEU ESTUDO NOS SOLOS VERMELHOS [1]

POR *D. LUÍS BRAMÃO*
(Estação Agronómica Nacional)

ÍNDICE

INTRODUÇÃO 129
NOMENCLATURA DA CAULINITE E DAS HALOISITES. 132
ANÁLISE TÉRMICA DIFERENCIAL 133
EQUIPAMENTO 133
GENERALIDADES. 135
CONCEITO DO FACTOR S 135
VALOR DE S. 137
DIMENSÕES DAS PARTÍCULAS E A SUA RELAÇÃO COM O VALOR DE S 138
O FACTOR DE S NA IDENTIFICAÇÃO DA HALOISITE E DA CAULINITE 145
ESPECTROMETRIA DA DIFRACÇÃO DOS RAIOS X . . 147
EQUIPAMENTO 147
MÉTODO 147
GENERALIDADES 147
ESTRUTURA DO CAULINO 153
CAULINITE 153
HALOISITE 154
ACÇÃO DA TEMPERATURA NA ESTRUTURA DAS CAULINITES E HALOISITES 155
MICROSCOPIA ELECTRÓNICA 156
EQUIPAMENTO 156
MÉTODO 156
MORFOLOGIA E DIMENSÕES DOS CRISTAIS 158
OS MINERAIS DO CAULINO DE ALGUNS SOLOS VERMELHOS 159
DISCUSSÃO DOS RESULTADOS OBTIDOS NO ESTUDO DAS ARGILAS DOS SOLOS 166
CONCLUSÕES 168
BIBLIOGRAFIA 169

---

[1] Tese apresentada no Concurso realizado em Fevereiro de 1951 para o lugar de Investigador da Estação Agronómica Nacional — Direcção Geral dos Serviços Agrícolas — Ministério da Economia.

O autor confessa-se muito agradecido: ao PROFESSOR DOUTOR MÁRIO DE FIGUEIREDO e ao DOUTOR RAFAEL DUQUE por terem tornado possível a realização deste trabalho; ao Instituto Para a Alta Cultura e à Fundação Rockefeller

A caracterização das argilas, cujo valor técnico é tão fundamental nas indústrias de cerâmica, refractários, óleos, etc., encontra na agricultura aplicação igualmente valiosa no estudo da génese, classificação e fertilidade dos solos. Daqui o interesse que a Estação Agronómica Nacional tem posto nesta linha de trabalho.

Assim, os primórdios deste estudo, incluído no Plano de Trabalho do Departamento de Solos, foram apresentados pelo autor em colloquium realizado em 1939 e publicados na *Revista Agronómica* no mesmo ano. Porém, a falta de equipamento científico adequado, tão necessário à investigação das propriedades de algumas argilas e indispensável à identificação de outras, prejudicou, retardando o seu estudo, o desenvolvimento da linha de trabalho de tão grande interesse teórico e evidente alcance prático.

O equipamento científico de que dispunhamos, apenas um aparelho de Análise Térmica Diferencial, localmente construído, serviu para realizar um reconhecimento preliminar dos materiais argilosos. Não permitia contudo obter dados suficientemente rigorosos, obstando assim ao progresso dos trabalhos em Sacavém. Por isso, foi só a partir de 1949 que, em laboratórios norte-americanos, foi possível dar realização ao plano que desde há muito fora traçado.

O programa do estudo das argilas, embora à primeira vista possa parecer que constitui apenas um caso típico de investigação pura ou fundamental, teve como objectivo a resolução de um problema taxonómico relativo à elaboração da Carta dos solos de Portugal, que a morfologia só por si não tinha possibilidade de solucionar.

---

pelo subsídio e bolsa de estudo durante o ano de 1949-50 que permitiu efectivar o programa de investigação científica nos Estados Unidos, donde foi extraída a presente tese; ao U. S. Bureau of Plant Industry Soils and Agriculture Engineering e ao U. S. National Bureau of Standards, onde o trabalho foi elaborado, pelas facilidades laboratoriais e hospitalidade concedidas e muito especialmente aos DRS. S. B. HENDRICKS, JOHN G. CADY, MAX SWERDLOW, L. T. ALEXANDER, H. F. MCMURDIE, H. INSLEY e R. S. DYAL; ao ENGENHEIRO AGRÓNOMO ANTÓNIO BOTELHO DA COSTA, Director Geral dos Serviços Agrícolas; ao PROF. ANTÓNIO SOUSA DA CÂMARA, Director da Estação Agronómica Nacional; ao Investigador LÚCIO MERCÊS DE MELLO, a D. ARMINDA GOMES BARBOSA e ENGENHEIRO AGRÓNOMO FERNANDO FREITAS pela revisão do manuscrito; à MARIA DO CARMO MADEIRA incansável na realização dactilográfica deste trabalho, bem como a todos os que contribuiram de qualquer modo para este estudo.

INTRODUÇÃO

Dos seis membros do grupo do caulino destacam-se, pela sua importância, a caulinite e a haloisite que, além de serem os únicos minerais deste grupo que entram na composição das argilas dos solos, são também os de maior valor industrial.

A bibliografia pedológica refere-se quase sempre a estes dois minerais pela designação genérica de caulino, talvez porque não tem havido até agora processo seguro de os diferenciar. E claro que o mesmo não acontece nos depósitos geológicos, onde os minerais se encontram em mais elevado grau de pureza e de perfeição cristalina, e, por consequência, se têm prestado a estudos mais profundos.

Os caulinos das formações geológicas têm sido objecto de estudos intensivos que conduziram ao progressivo conhecimento da sua estrutura cristalina.

Tanto a caulinite como a haloisite possuem a mesma composição química e supõe-se que a sua estrutura cristalina seja idêntica também, diferindo apenas nas dimensões das cristalites e na forma como se faz o empilhamento das folhas de alumínio e sílica.

ALEXANDER e colaboradores (1943) pensam que a haloisite tenha a sua origem na desidratação irreversível da forma hidratada deste mineral (endellite). Esta hipótese, a confirmar-se, ajudaria em parte a explicar a irregularidade da estrutura da haloisite, como resultado das distorções que a perda de duas moléculas de água necessàriamente acarretaria.

O facto de a haloisite possuir um certo excesso de água, além da requerida pela sua fórmula estrutural, deve também contribuir para a desorganização no empilhamento das folhas da estrutura, intercaladas com películas de água.

À morfologia dos cristais da haloisite, observada no microscópio electrónico, têm sido atribuídos aspectos variados, desde os de fitas ou tiras, segundo ALEXANDER (obra citada), aos de tubos, de acordo com a hipótese arrojada de BATES (1949). Embora esta última tenha encontrado entusiástico acolhimento em muitos e descrença nalguns, o que é certo é que tubos ou fitas são inconfundíveis com os hexágonos da caulinite. O microscópio electrónico tem, portanto, a última palavra a dizer na identificação ou diferenciação dos dois minerais, quando provenientes de depósitos geológicos.

A caulinite e a haloisite, quando puras, distinguem-se fàcilmente

com o microscópio petrográfico, pelo valor mais baixo do índice de refracção da haloisite. Mas, quando intimamente misturados com outros minerais, tais como acontece sempre nos solos e frequentemente nos depósitos geológicos, o método encontra aplicação restrita. Basta apenas uma pequena quantidade de óxido de ferro

QUADRO I

CAULINITES E HALOISITES ESTUDADAS

Caulinites	Haloisites
China Clay — Inglaterra	Black Hills, S. Dakota — U. S. A.
Coarse Crystalline — Inglaterra	Eureka, Utah — U. S. A.
Florida A — U. S. A.	Indiana — U. S. A.
Franklin, N. C. — U. S. A.	Melilla — Marrocos espanhol
Georgia B — U. S. A.	Nevada — U. S. A.
Georgia C — U. S. A.	Real Co., Texas — U. S. A.
Gerês — Portugal	Rebordosa — Portugal
Hawthorne, Flórida — U. S. A.	Rolla Co., Mo. — U. S. A.
S. Gens — Portugal	Woodleaf, N. C. — U. S. A.
Texas — U. S. A.	

disseminado na massa da argila para elevar consideràvelmente o valor do índice de refracção e falsear o critério de identificação.

Para estudar as argilas dos solos, misturas desconhecidas de minerais, seguiu-se a única orientação possível. Procedeu-se ao estudo físico-químico de argilas puras e das argilas dos solos confrontando os resultados obtidos, BRAMÃO e colaboradores (1950).

As haloisites e caulinites estudadas constam do Quadro I e as amostras de argilas dos solos de Portugal, Estados Unidos da América do Norte e África, do Quadro II.

QUADRO II

ARGILAS DOS SOLOS

Número	Série	Grande grupo	Material originário
269	Almoster — Portugal	Vermelhos Mediterrânicos	Calcário duro
297	Albergaria — Portugal	Vermelhos Mediterrânicos	Calcário mole
298	Albergaria — Portugal	Vermelhos Mediterrânicos	Calcário mole
C. 836	Appling — U.S.A.	Vermelhos e Amarelos podzolizados .	Rochas metamórficas e granitos

QUADRO II *(Continuação)*

Número	Série	Grande Grupo	Material Originário
410	Beja — Portugal	Vermelhos Mediterrânicos	Xistos
400	Caneças — Portugal	Vermelhos Mediterrânicos	Basaltos
C.5065	Cecil — U.S.A.	Vermelhos e Amarelos podzolizados	Rochas metamórficas e granitos
777	Cercal — Portugal	Vermelhos Mediterrânicos	Grês
C.7180	Decatur — U.S.A.	Latosolo Pardo-Avermelhado	Calcário duro
C. 120	Dewey — U.S.A.	Vermelhos e Amarelos podzolizados	Calcário duro
C. 109	Fullerton — U.S.A.	Vermelhos e Amarelos podzolizados	Calcários nodulosos
C.1067	Greenville — U.S.A.	Latosolo Pardo-Avermelhado	Sedimentos coluviais
C. 806	Hagerstown — U.S.A.	Pardo acinzentado podzolizado	Calcário duro
18	Ilha do Sal — Cabo Verde	Laterite	
19	Ilha do Sal — Cabo Verde	Laterite	
C.3893	Kirvin — U.S.A.	Vermelhos e Amarelos podzolizados	Sedimentos coluviais
401	Marinha — Portugal	Vermelhos Mediterrânicos	Calcário duro
408	Marinha — Portugal	Vermelhos Mediterrânicos	Calcário duro
	Mecklenburg — U.S.A.	Latosolo Pardo-Avermelhado	Diorites - Gabros
C.3908	Nacogdoches — U.S.A.	Latosolo Pardo-Avermelhado	Sedimentos coluviais com areia esverdeada
	Ora — U.S.A.	Vermelhos e Amarelos podzolizados	Sedimentos coluviais ácidos
C. 289	Orangeburg — U S.A.	Vermelhos e Amarelos podzolizados	
	Pheba — U.S.A.	Planosolo	Sedimentos coluviais
	Red Bay — U.S.A.	Latosolo Pardo-Avermelhado	Argilas e areias argilosas
	Ruston — U.S.A.	Vermelhos e Amarelos podzolizados	Sedimentos coluviais
29	Sagres — Portugal	Vermelhos Mediterrânicos	Calcário duro
30	Sagres — Portugal	Vermelhos Mediterrânicos	Calcário duro
17	S. Tomé — África	Laterite	Calcário duro

Os métodos usados neste trabalho foram os de Análise Térmica Diferencial, espectrometria da difracção das radiações X e microscopia electrónica.

Assinalou-se a presença de outros minerais das argilas, a que se faz referência no texto, embora o seu estudo minucioso não seja considerado neste trabalho.

NOMENCLATURA DA CAULINITE E DAS HALOISITES

A nomenclatura destes minerais tem variado bastante, principalmente a das haloisites. Se a designação de caulinite já está definitivamente aceite, o mesmo não acontece, porém, com a haloisite que ainda hoje possui nomenclatura variada.

Caulinite foi o nome dado por JOHNSON e BLAKE (1867) a um mineral do caulino que estes autores estudaram com grande minúcia e rigor. Parece, no entanto, que esse mineral foi descrito na mesma época em outros pontos da Europa e dos Estados Unidos por mineralogistas que lhe atribuiram outros nomes, tais como Phoelerite, Leverrierite, Newtonite e mineral de Dick. A insuficiência dos dados analíticos, de que dispunham estes autores, além da natural e consequente dificuldade de descrever rigorosamente os minerais que observavam, foi talvez, segundo ROSS e KERR (1948), a principal razão de se ter mantido durante tantos anos esta confusão taxonómica. Para o mineral de Dick, que afinal era diferente do descrito por JOHNSON e BLAKE (1867), propuseram ROSS e KERR (1948) que fosse adoptada a designação de «dickite» em homenagem ao insigne mineralogista inglês DICK, que estudou e descreveu com apreciável exactidão um depósito existente na Ilha de Anglesey. O nome de caulinite ficou, portanto, reservado para designar o principal e mais abundante mineral do caulino, tal como foi caracterizado por JOHNSON e BLAKE (obra citada). ROSS e KERR (obra citada) descrevem com grande pormenor as caracteristicas cristalográficas, as propriedades ópticas e composição química deste mineral.

Acerca da nomenclatura da haloisite tem havido e há ainda grande controvérsia. MACEWAN (1947), que tem consigo a maioria dos investigadores britânicos e do Continente europeu, defende as designações de metahaloisite e haloisite em oposição a FAUST (1950) que pretende impor as de haloisite e endellite, seguido por nume-

rosos mineralogistas americanos. A posição da nomenclatura dos dois minerais da haloisite vem explicada no Quadro III.

Por este quadro se nota que uma terceira nomenclatura, há anos proposta por HENDRICKS (1938), e por ele já abandonada, ainda está em vigor, pelo menos, para um número reduzido, mas importante, de mineralogistas americanos. A posição irredutível, em que aparentemente se colocaram os dois primeiros grupos,

QUADRO III

NOMENCLATURA DAS HALOISITES

Minerais	HENDRICKS	FAUST	MACEWAN
$Al_2Si_2O_5(OH)_4$	haloisites	haloisite	metahaloisite
$Al_2Si_2O_5(OH)_4 \cdot 2H_2O$	haloisite hidratada	endellite	haloisite

parecia ser o resultado de argumentação valiosa de ambas as partes, conduzindo a uma contradita interminável.

Porém, durante as reuniões da Secção de Minerais das Argilas do IV Congresso Internacional da Ciência do Solo (Amsterdão, Julho de 1950), o assunto foi objecto de entusiástico debate e a solução finalmente alcançada numa reunião extraordinária da referida Secção, encontrando-se presentes os mais notáveis especialistas das argilas, entre eles MACEWEN e HENDRICKS. Ficou assente, por unanimidade, abandonar as nomenclaturas de MACEWAN e FAUST e adoptar sem restrições a de HENDRICKS. O grupo comprometeu-se a recomendar e insistir junto das Sociedades Nacionais de Mineralogia o uso da nomenclatura proposta que é, evidentemente, a seguida neste trabalho.

ANÁLISE TÉRMICA DIFERENCIAL

Equipamento

A análise térmica diferencial, que no presente trabalho será designada por ATD, é uma técnica do estudo indirecto das argilas, actualmente muito generalizada nos laboratórios de Solos e de Mineralogia dos E. U. A. e nalguns Países Europeus, pela rapidez,

simplicidade, relativa economia e qualidades de informação que fornece.

O equipamento necessário a esta análise é, na sua essência, simples. Encontra-se descrito em numerosos trabalhos, dos quais merecem referência particular os de NORTON (1939), HENDRICKS e ALEXANDER (1939) e KERR e KULP (1948).

O equipamento usado por HENDRICKS e ALEXANDER dá resultados satisfatórios e permite determinar variações diferenciais de temperatura relativamente pequenas. É um dos aparelhos mais simples e económicos que qualquer laboratório, não muito dotado, pode aspirar a possuir. O utilizado e descrito por KERR e KULP é talvez o mais complicado e perfeito, mas também o mais dispendioso no seu género. Tem sobre os outros vantagens incontestáveis quanto a rigor e rapidez. Nele podem realizar-se simultâneamente três determinações e, portanto, um número muito maior de análises diárias. É também muito mais caro do que o usado por HENDRICKS e ALEXANDER e a aparelhagem que utiliza — um registo múltiplo electrónico e um «programa» de temperatura ([1]) — obriga a uma assistência especializada, difícil de se conseguir, para o manter em boas condições de trabalho. Dentro da sua simplicidade original, facilidade de manejo e moderado preço, o aparelho de HENDRICKS e ALEXANDER, já muito generalizado, é susceptível de aperfeiçoamento pela modificação da mufla e do desenho do bloco de nickel, com o fim de aumentar o rigor dos resultados e o número de análises diárias.

O aparelho que existe actualmente no Departamento de Solos da EAN é uma versão do esquema de NORTON (1939) da Secção de Cerâmica do MASSACHUSETTS INSTITUTE OF TECHNOLOGY. É, fundamentalmente, idêntico ao descrito por HENDRICKS e ALEXANDER, mas com menor sensibilidade, pior registo e sem programa de temperatura que permita obter automàticamente uma curva linear de subida de temperatura no forno, num ritmo prèviamente estabelecido. Foi utilizado no reconhecimento grosseiro de algumas amostras.

Os resultados finais, apresentados neste trabalho, foram todos obtidos com o aparelho existente no «Bureau of Plant Industry, and Agriculture Engineering» do U. S. Department of Agriculture de Beltsville, Maryland, descrito por HENDRICKS e ALEXANDER (1939)

([1]) «Temperature program Controller».

e segundo a técnica habitual, que consiste, geralmente, na colocação das amostras numa cavidade aberta no bloco de nickel bem calcadas, mas sem serem, contudo, pesadas. Só em casos especiais, como seja no estudo da área, forma e deflexão da curva endotérmica, se tomaram precauções para se considerarem as variações que possam resultar da introdução de diferentes quantidades de amostra na cavidade do bloco de nickel.

A calibragem do aparelho para a determinação das temperaturas da curva, operação fundamental, que se repete frequentemente, foi feita com quartzo, seguindo o processo descrito por FAUST (1948).

Generalidades

A ATD usa-se para identificar muitos minerais, incluindo os das argilas e, nestes, os do caulino. Neste último caso, o que interessa mais considerar na ATD é a área e forma da curva correspondente à grande reacção endotérmica, característica destes minerais e que se produz na região dos 500-600° C.. Verificou-se que esta área é proporcional ao caulino existente, NORTON (1939), SPEIL (1945), etc..

O método encontra-se publicado em numerosos trabalhos, o que dispensa a sua descrição. A teoria foi primeiramente apresentada por SPEIL (1945), e mais tarde modificada e corrigida por KERR e KULP (1948).

No caso dos minerais do caulino, nomeadamente caulinite e haloisite, de que aqui tratamos, verifica-se existir uma reacção endotérmica muito intensa, inexistente em outros minerais, como se disse, a temperaturas que oscilam entre 550° e 600° C., dependendo principalmente do programa de aquecimento seguido. Este facto, completamente averiguado, vem diminuir um pouco a importância que os primeiros investigadores atribuiram à temperatura correspondente do vértice da curva subtendida, principalmente para efeitos de caracterização mineralógica.

Conceito do Factor S

A reacção endotérmica referida ou desidratação foi recentemente estudada por MURRAY e WHITE (1949) nos seus aspectos termodinâmicos.

Trata-se de uma reacção de primeira ordem que se produz no

estado sólido, que envolve alterações na estrutura e no aspecto do material.

A velocidade desta reacção parece ser determinada pela velocidade de formação de centros de reacção (nucleação) e a velocidade de expansão da superfície de contacto entre o produto de reacção e o material que ainda não reagiu (exaustão). Seria portanto f (x, y) em que

f = velocidade de reacção   x = nucleação   y = exaustão

A nucleação deve produzir-se ràpidamente e espalhar-se também depressa através de toda a massa cristalina. Na altura em que a temperatura correspondente ao vértice da curva é atingida (ver B, Fig. 1) já a reacção deve encontrar-se quase terminada.

As partículas de dimensões mais pequenas, cristais destorcidos por inclusões de película ou membranas de água ou pelo empilhamento casual das folhas ou placas unitárias, como as citadas por BRINDLEY e ROBINSON (1946) e possìvelmente por «twimming», além de outros factores a considerar, podem produzir espaços interplanares irregulares, motivar fracturas no plano reticulado, ou originar pontos de enfraquecimento onde os grupos (OH) encontram saída mais fácil, dando assim início à reação térmica da desidratação.

Das duas determinantes, nucleação e exaustão, a primeira parece regular a forma da curva ou pico endotérmico, como a seguir se verá, e a variação total da temperatura subtendida pela reacção. Com efeito, a forma da curva endotérmica parece ser independente da concentração de substância reagente, como indicam as curvas resultantes da mistura de caulino com *alundum* [1], usado para material de comparação ou de referência na ATD, publicadas na bibliografia. A forma mantem-se, embora o desvio total e a área, que variam com a quantidade de argila colocada no porta-amostra e com o seu teor em caulino, sofram redução proporcional à diluição.

Se a extensão do contacto interfacial afectasse a forma de curva, era lícito esperar que fosse influenciada pela diluição ou, melhor, pelo grau de calcamento que modificaria a acção interfacial, aumentando ou dimuindo os contactos entre as partículas crista-

(1) Óxido de alumínio sintético termo-inerte.

linas. Uma vez provado experimentalmente que tais tratamentos não alteram a forma da curva endotérmica, a nucleação surge, por conseguinte, como sendo o factor mais importante a determinar a forma da curva.

As considerações expostas e os dados experimentais obtidos durante a realização deste trabalho revelam com clareza que a percentagem da substância produzida por exaustão, no momento em que temperatura do vértice da curva é alcançada, depende, em primeiro lugar, da natureza do mineral, e só depois do tamanho dos cristais.

Valor de S

MURRAY e WHITE, SPEIL, KERR e KULP (obras citadas) e ROBERTS, da Universidade de Leeds, supõem que, aproximadamente, 70 a 75 % da reacção endotérmica estará terminada no ponto B da Fig. 1 não lhes tendo ocorrido, ao que parece, considerar nos seus ensaios

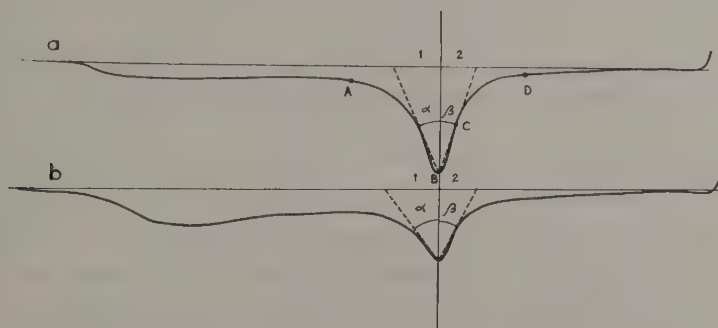


Fig. 1 — a) ATD da caulinite inglesa « China Clay » moida num triturador de esferas durante 6 dias. b) A mesma ao fim de 12 dias de trituração.

o factor determinante, a natureza do material, porquanto a secção da curva endotérmica, correspondente à temperatura superior ao vértice, indica o ritmo de exaustão do material e a referente à temperatura inferior, o ritmo de nucleação. A forma da curva térmica, no que respeita aos seus declives, mostra, portanto, a natureza do material.

A relação dos declives das duas secções da curva, antes e depois do vértice, é apresentada pela primeira vez no presente

trabalho. Constitui o factor simples mais útil na distinção entre a caulinite e a haloisite pela ATD e passa a designar-se por factor S.

$$S = \frac{\text{tang } \alpha}{\text{tang } \beta} = \frac{a}{b}$$

A forma da curva endotérmica do caulino encontra expressão adequada no cociente das tangentes dos ângulos que os dois lados da mesma curva formam com uma linha que parte do vértice e se dirige perpendicularmente à linha da base (Fig. 1).

O Quadro IV dá os valores de S relativos a caulinites e haloisites naturais, calculados a partir da ATD realizada no decurso deste estudo. O Quadro V mostra os valores calculados a partir de curvas publicadas em trabalhos de outros autores. Finalmente, no quadro VII encontram-se os valores obtidos para as argilas dos solos vermelhos indicados no Quadro II.

Dimensões das partículas cristalinas e a sua relação com o valor de S

O fraccionamento de uma argila em classes de partículas de diferentes tamanhos apresenta aspectos importantes a considerar e que dependem do processo de fragmentação. Os dois métodos seguidos para a separação de classes de partículas foram, na sua essência, os seguintes:

a) Trituração do mineral cristalino num almofariz ou triturador de esferas durante períodos de tempo estabelecidos, SPEIL (1945), MARSHALL (1949), etc.
b) Separação mecânica por dispersão, seguida de sedimentação ou centrifugação a partir de uma suspensão aquosa e tomando como base o diâmetro teórico das partículas calculadas pelas leis de Stockes ou Svedberg.

Verificaram-se pelos raios X e pela microscopia electrónica os resultados obtidos pelos dois processos de separação.

a) Assim, pelo primeiro método, de resto o único citado na bibliografia, prova-se que, em vez de se obterem fracções ou cristais pequenos, conseguiu-se uma destruição progressiva da arquitectura cristalina. O aumento de material amorfo, possìvelmente óxidos de silício e de alumínio,

actua como agente de diluição e, por conseguinte, a área e intensidade da curva endotérmica, como vem ilustrado na Fig. 1, diminuiu com o desenvolvimento do processo destrutivo. A figura referida mostra a ATD dum caulino inglês sujeito a uma trituração de 6 e 12 dias, respectivamente.

QUADRO IV

VALOR DE *S* DAS CAULINITES E HALOISITES REFERENTES AO QUADRO I

Caulinites	Valor de S	Haloisites	Valor de S
China clay	1.32	Eureka	3.20
Coarse crystalline	0.78	Indiana	2.91
Florida A	1.52	Melilla	3.00
Franklin, N. C.	1.81	Nevada	2.50
Georgia B	1.63	Real Co.	2.66
Georgia C	1.18	Woodleaf.	3.71
Gerês	1.50	Endellite, Utah	3.80
Hawthorne, Flórida	2.00	—	—
S. Gens	1.28	—	—
Texas	2.39	—	—
Woodleaf, N. C.	1.61	—	—

O microscópio electrónico e os raios X (Fig. 2) vieram confirmar a presença de material amorfo e o aumento da sua percentagem com a duração do processo de trituração. Pelo Quadro VI verifica-se, no entanto, que o «valor de S» se mantém pràticamente constante através do processo de trituração.

Por comparação das Figs. 1 e 3 calcula-se que cerca de 75 % do caulino foi destruído pelo processo, que se mostra inadequado para fraccionar argilas destinadas a estudos de estrutura.

b) Quando o fraccionamento é obtido por sedimentação ou centrifugação não destroi a estrutura cristalina mineral; consegue-se, todavia, como se pretende, a separação em classes de tamanho, como se verificou pelo microscópio electrónico e Raios X. As partículas argilosas separadas podem ser constituídas por cristais unitários, como geral-

mente acontece com as caulinites bem cristalizadas, ou por agregados de partículas cristalinas com número variável de cristalites, casualmente aglomeradas, como BRINDLEY e ROBINSON (1946) sugerem que seja a estrutura da haloisite.

QUADRO V

VALOR DE *S* DE OUTRAS CAULINITES E HALOISITES ESTUDADAS POR DIFERENTES AUTORES

Caulinites	Valor de S	Haloisites	Valor de S
Dry Branch, Ga.	1.00	Bedford, Indiana (12a) . .	3.50
Gordon, Ga.	1.71	Bedford, Indiana (12b) . .	3.60
Mitchell & Harry, Ga. . . .	1.22	Eureka, Utah (13) . . .	3.25
Bath, S. C.	1.75	Wagon Whell Cap. Colo. (29a)	2.60
Pike Co., Ark. (1a) . . .	1.40	Wagon Whell Cap. Colo. (29b)	2.80
Pike Co., Ark. (1b) . . .	1.66	Spruce Pine Dist., N. C. (51)	4.00
Birch Pit	1.50	Spruce Pine Democrat Mine	3.00
Bath, S. C.	1.66	—	—
Bath, S. C. (crude 6) . . .	1.33	—	—
Bath, S. C. (comercial 7) . .	1.42	—	—
Bath, S. C. (crude 8) . . .	1.66	—	—
Mesa Alta, N. M. (9a) . . .	1.42	—	—
Mesa Alta, N. M. (9b) . . .	1.41	—	—
Macon, Ga. (10).	1.71	—	—
Lewistown, Mont. (17). . .	1.25	—	—
Lewistown, Mont. (1) . . .	1.81	—	—
Lewistown, Mont. (2) . . .	1.27	—	—
Lewistown, Mont. (3) . . .	1.15	—	—
Lewistown, Mont. (4) . . .	1.08	—	—
Lewistown, Mont.	1.27	—	—
Lewistown, Mont. Black Shale.	1.40	—	—
Ouray, Colo.	1.62	—	—
Mesa Alta, N. W. — Gray . .	1.28	—	—
Newman Pit. Calif.	1.50	—	—

Veja-se até que ponto os dois casos considerados influenciam a forma da curva endotérmica e, consequentemente, o valor de S.

A ATD referente aos caulinos mostra, sem excepção, que as haloisites produzem curvas endotérmicas do tipo assimétrico, como

se verifica no Quadro V. Já DEAN (1947) e KERR (1949) tinham notado este comportamento da haloisite, quando afirmavam que as curvas endotérmicas destes minerais são, em geral, mais assimétricas do que as da caulinite. Porém, as caulinites deram curvas com simetria variável, desde as de simetria perfeita ou absoluta até outras aparentemente tão assimétricas como as da haloisite. Está neste último caso, por exemplo, a curva de ATD da caulinite

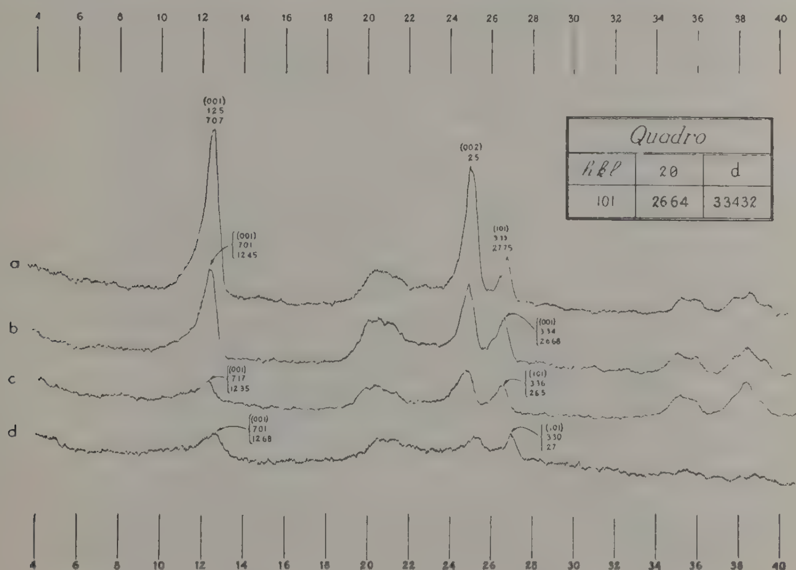


Fig. 2 — *a*) Difracção dos Raios X da caulinite inglesa «China Clay» orientada e com 10 % de Quartzo. *b*) A mesma não orientada. *c*) A mesma preparada pelo método de Swanson. *d*) Ainda a mesma triturada durante 12 dias num almofariz da esferas.

Hawthorne da Flórida, que veio complicar o critério de separação. Se há caulinites que produzem ATD semelhante à das haloisites, ocorre perguntar: Não serão essas caulinites haloisites? Ou serão misturas dos dois minerais? Para nos certificarmos de que esta argila era realmente uma caulinite e não uma haloisite ou uma mistura das duas fez-se um estudo cuidadoso das amostras, obtendo-se microfotografias com o microscópio electrónico e espectrogramas de Raios X. Como resultado, observou-se a coexistência de alguma haloisite na caulinite, porém, em percentagem tão pequena

que não é de supor que modifique o aspecto da curva ATD. De facto, segundo as observações no microscópio electrónico, (Est. IV-B) esta argila é constituída por um mineral bem cristalizado, contendo grande percentagem de pequenos pseudo-hexágonos. Por outro lado, as curvas endotérmicas mais largas e simétricas foram produzidas por uma caulinite (caulino medicinal inglês), caracterizada

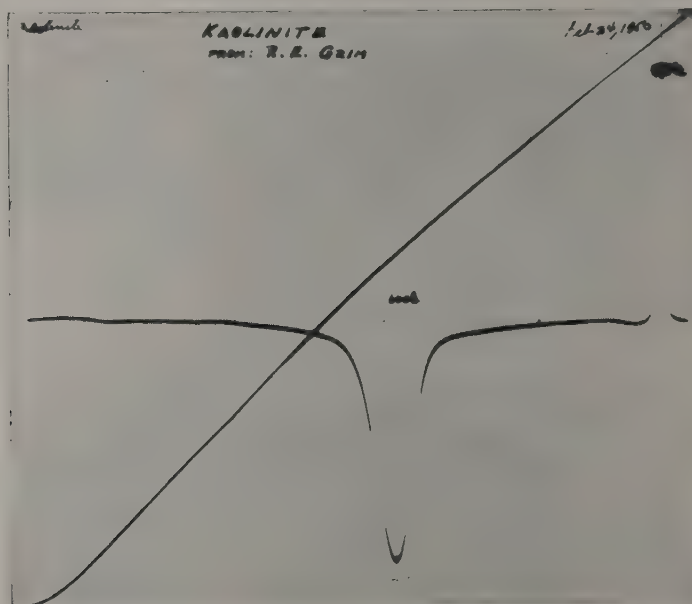


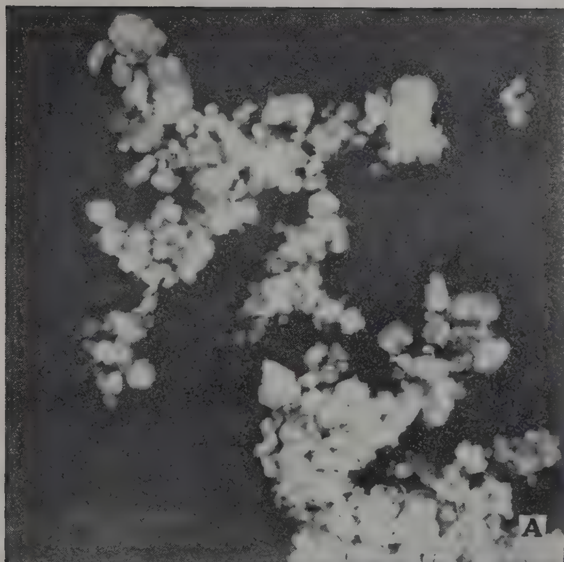
Fig. 3 — ADT da caulinite « referência » de R. E. Grim.

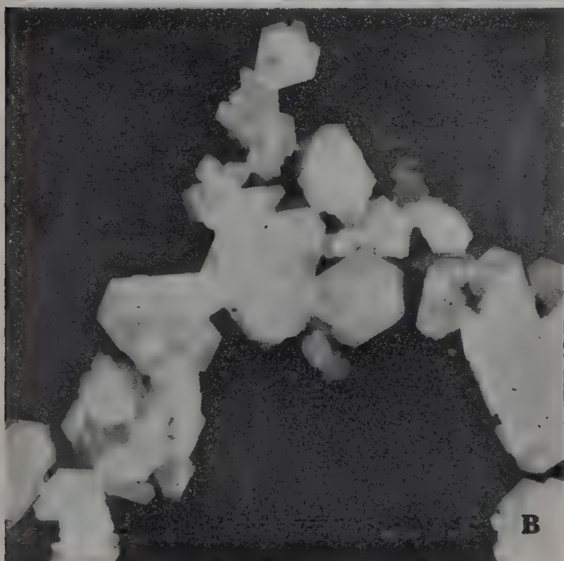
no microscópio electrónico por cristais euédricos bem formados e de dimensões gigantes (4 a 6 micras de diâmetro) (Est. II B).

Daqui o suspeitar-se que a forma assimétrica da curva endotérmica possa ser motivada por qualquer outra característica dos minerais que não seja puramente estrutural ou composicional e que pertence a todas as haloisites, sem excepção, e a algumas caulinites em grau variável.

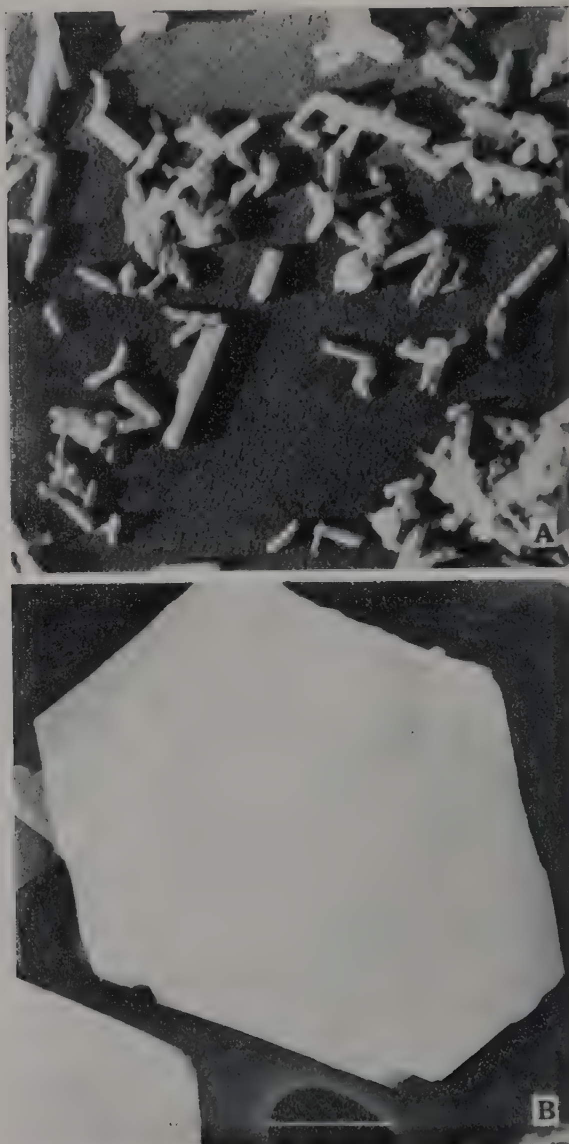
Os dados relativos ao caulino Hawthorne e ao medicinal inglês sugeriram que fosse o tamanho da partícula o facto determinante da forma da curva endotérmica.

Para averiguar com rigor a relação entre o tamanho da partícula cristalina e o grau de simetria da curva endotérmica da ATD,





A — Cristais de caulinite do solo Greenville.
B — Caulinite formada pelos hexágonos característicos. Bem cristalizada e uniforme.



A — Haloisite hidratada de Utah. Alguns cristais aparentam ser tubos, como BATES afirma, outros prismas alongados.
B — Um cristal gigante e euédrico da caulinite inglesa.

separam-se por sedimentação e com uma supercentrífuga, diferentes classes de tamanho de partículas dos três caulinos: inglês,

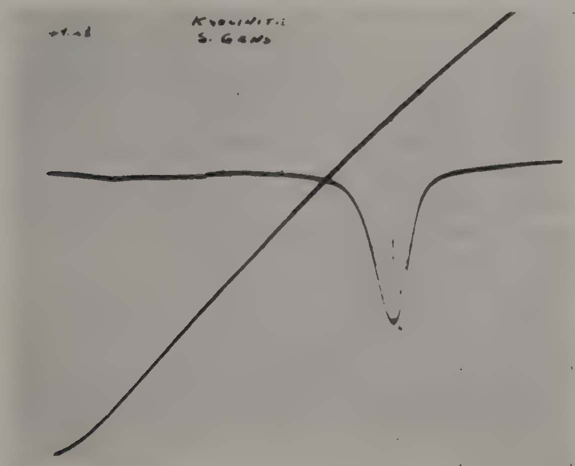


Fig. 4 — ATD da caulinite portuguesa de S. Gens.

Hawthorne e haloisite de Indiana ou indianite. Os resultados obtidos com ATD vem expressos do Quadro VI em valores de S.

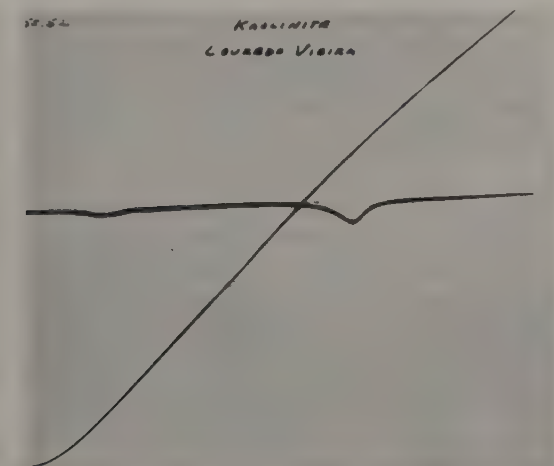


Fig. 5 — ATD da argila portuguesa de Louredo Vieira, Gerês.

QUADRO VI

VALOR DE *S* DAS FRACÇÕES GROSSEIRAS, MÉDIAS E FINAS DAS CAULINITES E HALOISITES

Caulinites	Valor de S	Haloisites	Valor de S
Hawthorne fracção grosseira	1.34	Indianite fracção grosseira	2.85
Hawthorne fracção média	1.90	Indianite fracção média	2.86
Hawthorne fracção fina menor que 2 μ	2.36	Indianite fracção menor que 0.1 μ	3.88
China Clay fracção grosseira	1.07	Indianite menor .3 + 3Al_2O_3	3.33
China Clay fracção média	1.44	—	—
China clay fracção fina menor que 2 μ	1.87	—	—
China clay de 0.2 a 0.127 μ	1.77	—	—
China clay fracção menor que 0.127 μ	2.42	—	—
China clay ([1]) fracção menor que 0.25 μ	2.28	—	—
China clay triturada durante 6 dias	1.31	—	—
China clay triturada durante 12 dias	1.35	—	—
China clay + Al_2O_3	1.87	—	—

Esta experiência demonstra que o tamanho da partícula cristalina afecta a velocidade da reacção e, consequentemente, a forma da curva relativa à libertação dos hidroxilos e ao colapso da arquitectura cristalina. Porém, os valores de S continuam perfeitamente distintos, separando claramente as caulinites das haloisites (Quadros IV, V e VI).

A caulinite Hawthorne, já referida, embora principalmente composta por cristais muito pequenos, contem suficiente quantidade de cristais grandes para que a sua concentração, pelo processo de sedimentação, produza um fracção grosseira capaz de originar curvas de ATD simétricas.

A indianite produziu apenas curvas do tipo assimétrico característico das haloisites.

Verificou-se que, independentemente do tamanho da partícula, a haloisite produz curvas do tipo assimétrico, mesmo quando as

([1]) Dimensões verificadas no microscópio electrónico.

partículas são relativamente grosseiras. Por exemplo, a haloisite proveniente do Condado Real do Texas, formada por cristais 5 a 10 vezes maiores do que as da indianite, produziu uma curva tipìcamente assimétrica. Daqui pode concluir-se que o empilhamento casual das folhas de sílica e a distorção característica dos aglomerados cristalinos da haloisite contribuiu mais fortemente para um ritmo acelerado de exaustão do material do que o tamanho da partícula cristalina pura e simplesmente considerado.

O factor S na identificação da haloisite e da caulinite

Representando a simetria pelos valores de S, como consta dos Quadros IV, V, VI e VII, torna-se evidente a distinção entre as haloisites e caulinites. Para aquelas este valor oscila entre 2,5 e 4, ao passo

QUADRO VII

VALOR DE *S* DAS ARGILAS DOS SOLOS

Argilas de Solos		Valor de S	Argilas de Solos		Valor de S
269	Almoster	2.06	19	Ilha do Sal . . .	
297	Albergaria . . .	1.87	C.3893	Kirvin	2.36
298	Albergaria. . . .	2.33	401	Marinha	2.37
C. 836	Appling	1.83	408	Marinha	1.61
410	Beja	3.20		Mecklenburg . .	2.72
	Cecil	3.11	C.3908	Nacogdoches. . .	3.00
777	Cercal	1.83		Ora	
C.7180	Decatur	2.21	C. 289	Orangeburg . . .	2.90
C. 120	Dewey.	2.16		Red Bay	2.81
C. 109	Fullerton	2.00		Ruston	3.18
C.1067	Greenville. . . .	3.00	29	Sagres	2.26
C. 806	Hagerstown . . .	2.32	30	Sagres	2.55
18	Ilha do Sal . . .		17	S. Tomé	1.92

que, para estas, é geralmente muito mais baixo, entre 1,2 e 1,8, podendo, no entanto, em casos extremos, descer até 0,78 ou subir a 2,39. O caulino do Texas, por exemplo, com valor de S de 2,39 revela possuir alta percentagem de haloisite.

Em conclusão, pode afirmar-se:

a) que a forma da curva térmica, expressa pelo factor S, pode ser usada para a identificação da haloisite e caulinite;

b) que os valores de S dão indicações para a determinação do valor médio do tamanho dos cristais deste último mineral;

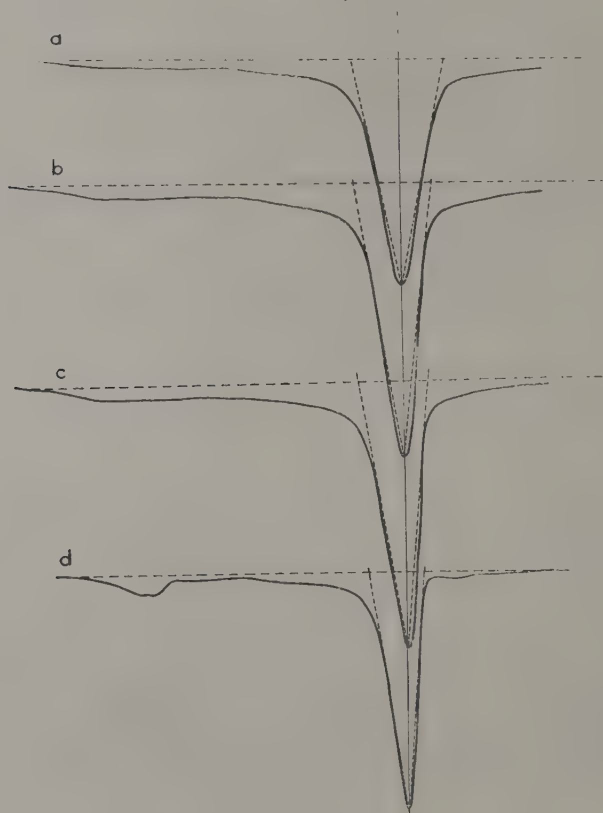


Fig. 6

a) — ATD da fracção mais grosseira da caulinite inglesa «China Clay», mostrando curva simétrica.
b) — A mesma caulinite, fracção média.
c) — A mesma caulinite, fracção fina entre 0.2 e 0.127 μ, curva assimétrica.
d) — Fracção menor do que 0.127 μ.

c) que a separação nítida dos valores de S nos dois grupos, sem que haja sobreposições destes valores, revela uma diferença importante no comportamento térmico dos dois minerais, e, consequentemente, da sua estrutura cristalina.

ESPECTROMETRIA DA DIFRACÇÃO DOS RAIOS X

Equipamento

Os espectrogramas de Raios X das amostras de argilas foram obtidos por meio «North American Philips Geiger Counter Spectrometer» e do novo «General Electric X-Ray Geiger Counter Spectrometer», utilizando em ambos ampolas de cobre e ferro consoante as condições.

Método

As determinações foram efectuadas com amostras de argila:

a) colocadas num receptáculo de alumínio, segundo o processo descrito por MacCREERY (1949);
b) em suspensão sobre uma lâmina de vidro, afim de se obter o máximo de orientação preferencial;
c) pela técnica utilizada por SWANSON do Bureau of Standards para conseguir uma amostra, cujo diagrama de Raios X não indique orientação preferencial.

O sistema de SWANSON, que deu resultados excelentes, consiste em deitar a argila seca num recipiente adequado com uma das paredes muito delgada, de alumínio, sem comprimir, para contrariar a natural tendência de orientação das partículas em relação aos planos basais (00*l*).

Generalidades

A caulinite pura, bem cristalizada, e a haloisite produzem espectrogramas de radiação X que se distinguem com facilidade. Os diagramas padrão dos dois minerais referidos e os de um mineral classificado de intermédio por BRINDLEY e ROBINSON (1946), uma argila refractária inglesa, tipo caulinite, mas empilhada casualmente, foram profundamente estudadas pelos referidos investigadores ingleses.

O diagrama da haloisite caracteriza-se por espaçamentos de 7,25 A a 7,5 A da sua reflexão basal (001), que produz geralmente um máximo de difracção largo e fraco. O diagrama não contém as linhas correspondentes às reflexões dos planos (*hkl*). Além das (00*l*), possui as correspondentes às reflexões de Raios X referentes

à casual sobreposição de redes de difracção a duas dimensões (Fig. 7).

O diagrama da caulinite mostra espaçamento *d* da reflexão basal (001) à volta de 7,15 A e da (002) de 3,5 A, sendo as máximas de difracção agudas e intensas em todas as amostras examinadas (Fig. 8 e 9). As caulinites dão ainda reflexões relativas aos planos (*hkl*). A presença e intensidade destas reflexões tem tanta

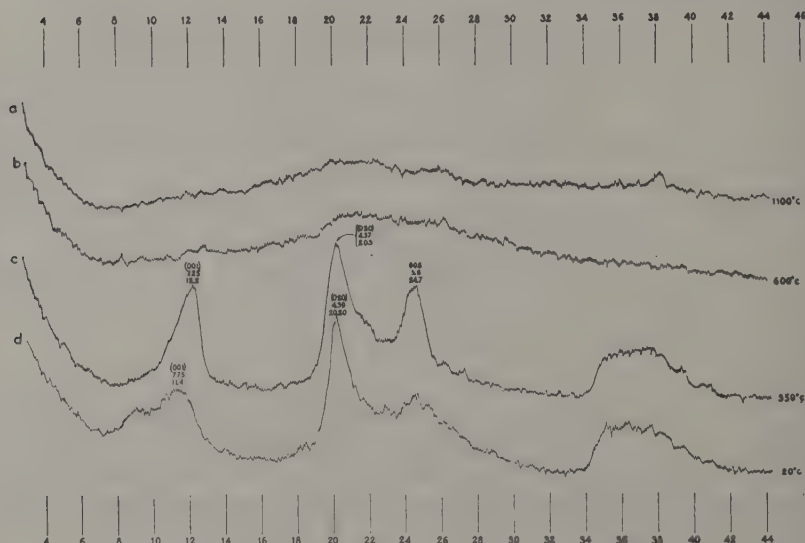


Fig. 7 — Transformação térmica da haloisite hidratada (d) (endellite) em haloisite (c) e sua destruição acima de 600° C.

importância para a identificação dos caulinos e para o estudo da perfeição cristalina dos seus minerais como o espaçamento e intensidade das reflexões (00*l*). A Fig. 8 reproduz o espectrograma de radiações da caulinite inglesa « China Clay » obtida com o novo aparelho da General Electric ainda em fase experimental. É interessante notar que foi possível registar todas as radiações que BRINDLEY (1946) calculou para a caulinite e que o investigador inglês não foi capaz de obter experimentalmente.

Quando a caulinite possui cristais grandes e bem desenvolvidos, só muito dificilmente se consegue uma orientação casual (desorientação) de forma que as radiações X mostrem intensi-

dades das reflexões dos planos basais com valores aproximados aos obtidos por cálculo por BRINDLEY e ROBINSON (1946) e que se apresentam na Fig. 9.

No entanto, pelo sistema de preparação da amostra descrito e designado SWANSON foi possível obter diagramas de Raios X para o caulino inglês em que as reflexões basais (00*l*) aparecem com valores que se aproximam dos da intensidade relativa calculada

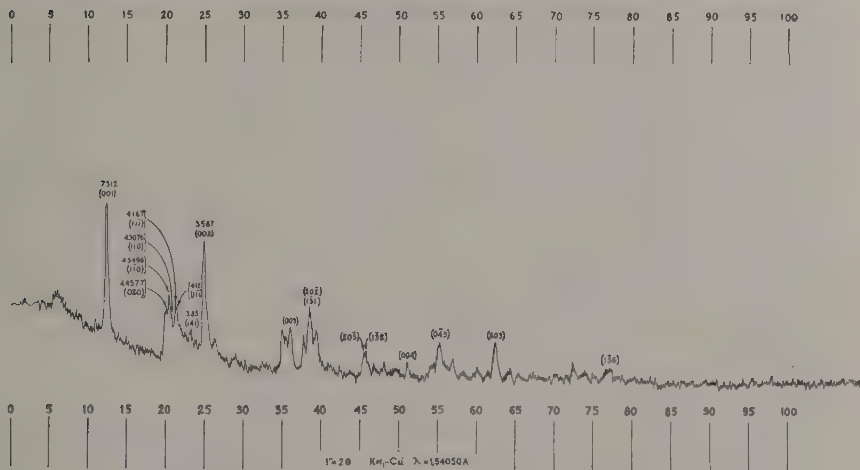


Fig. 8 — Espectograma de radiações X da caulinite inglesa « China Clay » obtida no novo espectrómetro de Raios X com contador de Geiger da General Electric.

pelos investigadores ingleses (Fig. 2). Talvez tivesse sido possível conseguir a orientação casual para esta caulinite devido ao tamanho dos cristais que, embora bem desenvolvidos, são em geral mais pequenos que os do caulino medicinal já referido, e para o qual as tentativas de contrariar a tendência para a orientação preferencial resultaram infrutíferas. De facto, com este mineral, todos os esforços foram improfícuos para obter diagramas de difracção sem que as intensidades das reflexões relativas aos planos basais (00*l*) não viessem exageradas devido à orientação preferencial dos cristais. O mesmo facto aconteceu, todavia, sempre em todas a fracções grosseiras das caulinites, donde pode concluir-se que as caulinites com a curva endotérmica mais larga e simétrica, produzindo reflexões basais (00*l*) mais intensas, em que a orientação casual dos cristais não parece possível conseguir-se, são constituidas por cristais

grandes e bem desenvolvidos. Este fenómeno foi seguido de observações microscópicas que confirmaram as conclusões a que se tinha chegado.

O outro processo, pelo qual se tentou obter uma completa desorientação das partículas, consistiu em misturar amostras de caulinite inglesa com uma substância aglutinante, deixando secar até se formar uma massa consistente e dura. A seguir, triturou-se a massa num almofariz até esta ficar reduzida a pó fino. O espectrograma de difracção mostra uma determinada redução da intensidade das reflexões basais (00*l*) e quase completa a falta das outras reflexões. O resultado assemelha-se aos que se obtiveram na análise mineralógica dalgumas das argilas provenientes dos solos.

De todas as caulinites aquela que se aproximou mais em intensidades e ordem de reflexões da caulinite teòricamente calculada a partir da estrutura ideal por BRINDLEY e ROBINSON (1946) foi a proveniente de Hawthorne na Flórida (Fig. 9).

Por outro lado, a indianite ([1]) não produziu em circunstância alguma evidência de orientação preferencial das partículas, como seria de supor. Microfotografias electrónicas mostram que esta argila é composta por pequeníssimos cristais de haloisite de tamanho uniforme (Est. II A) e dimensões inferiores a meio micron.

Neste estado de avanço do estudo parecia possível concluir generalizando que, se o caulino produzir espectrogramas de radiação X que apresentem reflexões basais de intensidade exagerada, devido a orientação preferencial, é uma caulinite. Caso contrário, se não houver sinais de orientação preferencial, e for possível obtê-la, então o diagnóstico será haloisite.

A argila do Condado Real do Texas veio perturbar a clareza deste raciocínio por ter produzido resultados intermediários e, portanto, um tanto ou quanto fora da doutrina estabelecida. Esta haloisite possui cristais gigantes (Est. III A) bem desenvolvidos. Deu reflexões basais intensas (001) e (002) (Fig. 9), permitindo um certo grau de orientação preferencial. Além disto, o espaçamento *d*, que corresponde à reflexão do plano (001) igual a 7,2 A, tem sem dúvida um valor intermediário entre as características da caulinite e haloisite, com tendência talvez a aproximar-se dos primeiros. A haloisite do Texas mostrou também reflexões (*hkl*), caracteri-

---

([1]) Haloisite de Indiana.

zadas por espaçamentos respectivamente de 4,28 A e 4,05 A (Fig. 9) até aí desconhecidas em outras haloisites e caulinites.

A variação na intensidade das reflexões (00 *l*) das caulinites, consoante o grau de orientação, serve como que de aviso contra o

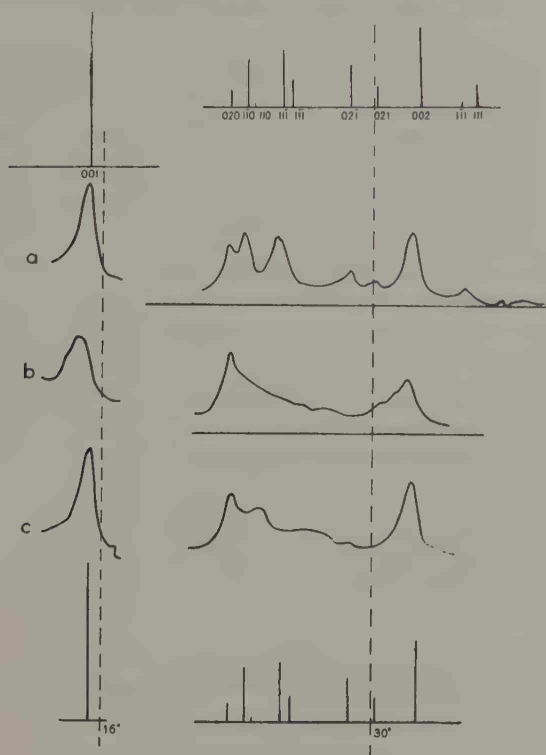


Fig. 9 — Espectogramas de radiação X. a) Caulinite Hawthorne. b) Haloisite de Indiana. c) Haloisite do Texas.

uso, sem restrições destas intensidades para o cálculo das percentagens de caulinite nas argilas. A intensidade, como dissemos, pode ser muito influenciada pelo grau de orientação dos cristais. Se é, pois, impossível saber se duas preparações estão em condições de igualdade de orientação, como determinar percentagem de caulinite na base de intensidade das reflexões (001)?

O valor do espaçamento *d* da reflexão basal (001) só por si também não constitui base suficiente de distinção entre a caulinite

e haloisite, como tem sido sugerido por diversos autores. De facto nos casos extremos da caulinite ser constituída por cristais bem formados e grandes e de, por outro lado, a haloisite ser formada por cristais pequenos e homogéneos, o valor *d* será então suficiente. Quando, porém, a caulinite não estiver tão regularmente cristalizada e pura e a haloisite for semelhante às provenientes do Texas ou de Franklin da Carolina do Norte, as dificuldades surgem e a distinção só é possível mediante o estudo cuidadoso de todas as reflexões do diagrama e das suas intensidades relativas. Assim chegámos à conclusão de que a relação entre a intensidade das reflexões (020) e (002) e a presença ou ausência das reflexões ($1\bar{1}0$) e (111) e sua intensidade relativa (Fig. 9) podem ajudar mais à diferenciação destes minerais do que os outros índices já apontados.

O problema da separação da haloisite e caulinite pelos raios X está ainda em fase que consideramos atrazada, talvez porque o número de amostras estudadas tenha sido pequeno. Talvez também pela falta da contribuição que para esse estudo poderia ter sido trazida pela microscopia electrónica que, por constituir equipamento dispendioso com função meramente morfológica, não tem sido utilizada tanto quanto seria para desejar.

Para a determinação exacta do espaçamento *d* utilizámos padrões internos, procurando minerais que tivessem espaçamentos de valor *d* próximos dos que queriamos determinar com rigor (Fig. 2).

Valores de *d* para alguns cristais e correcções por grau centígrado, segundo RICHMYER, vêm expressos no Quadro VIII.

QUADRO VIII

INFLUÊNCIA DA TEMPERATURA NOS VALORES DE *d*

Cristais	Espaçamento *d* a 18° C.	Variação de *d* por grau centígrado
Cloreto de sódio. . .	2.81971	.00011
Calcite	3.03560	.00003
Quartzo	4.25465	.00004
Gêsso	7.6001	.00029
Mica	9.9625	.00015

ESTRUTURA DO CAULINO

O problema da estrutura cristalina do caulino está fora do âmbito deste trabalho que não realizou investigação dirigida nesse sentido. O problema tem sido tratado por inúmeros cientistas célebres principalmente cristalógrafos, físicos e químicos e, como resultado desta fecunda actividade, existe uma verdadeira «avalanche» bibliográfica.

Caulinite, nacrite, dickite, haloisite, haloisite hidratada (endelite) e anauxite são os minerais geralmente incluídos no grupo do caulino com composição ideal de $Al_2Si_2O_5(OH)_4$ ou, segundo os óxidos, de $Al_2O_3 . 2SiO_2 . 2H_2O$.

Dos átomos, que entram na composição destes minerais, o oxigénio é o mais volumoso e aquele que existe em maior abundância. Estes, que podem considerar-se como aniões segundo SCHOFIELD (1940), estão acamados em íntimo contacto, de modo a formar uma estrutura rígida, pela atracção dos catiões situados nos espaços intersticiais formados entre eles. Estes espaços apresentam formas das quais duas interessam aos minerais do caulino.

1.— Tetraédrica, produzida por quatro átomos de oxigénios centrados nos vértices do tetraedro;
2.— Octaédrica, por seis átomos de oxigénios nos vértices do octaedro.

Na estrutura do caulino a sílica encontra-se em coordenação tetraédrica e o alumínio em coordenação octaédrica, formando lamelas que aderem firmemente, embora não estejam ligadas por catiões.

Caulinite

As dimensões da célula unitária, malha paralelepípedica ou a três dimensões obtidas por GRÜNER (1932) para a caulinite foram $a_0 = 5.14$ A, $b_0 = 8.90$ A, $c_0 = 15.51$ A, $\alpha = 100° 12'$. A malha contem quatro moléculas de $Al_2Si_2O_5(OH)_4$ e uma densidade teórica de 2.609.

HENDRICKS (1936) confirmou os resultados de GRÜNER, usando raios X e a difracção electrónica. Os valores por ele obtidos para os parâmetros a_0, b_0 e c_0 são idênticos ao de GRÜNER, porém o valor de α é diferente e igual a $101° 30'$.

Durante cerca de dez anos a estrutura de GRÜNER (1932) para a caulinite, confirmada por HENDRICKS, foi aceite como correspondendo satisfatòriamente aos dados experimentais obtidos por outros investigadores. Estudos realizados por ALVFELDT (1941) e mais recentemente por BRINDLEY e ROBINSON (1945, 1946, 1947) indicam a possibilidade de que a simetria seja triclínica, em vez de monoclínica.

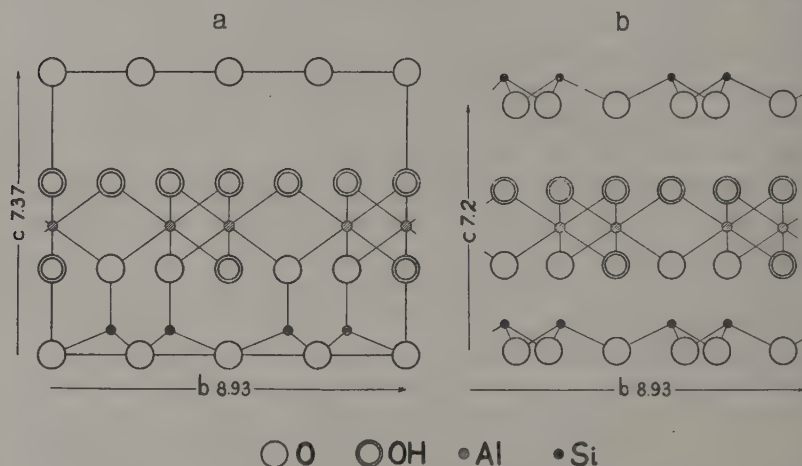


Fig. 10 — Estruturas da caulinite
a) — segundo BRINDLEY e b) — segundo GRÜNER

A Fig. 10 representa a estrutura da caulinite de GRÜNER e a proposta por BRINDLEY.

BRINDLEY concorda com a estrutura lamelar para o caulino, todavia sugere que a malha seja triclínica, apenas com metade da altura da proposta por GRÜNER, só tendo uma camada unitária por malha. As dimensões determinadas por BRINDLEY são as seguintes: $a_o = 5.14$ A, $b_o = 8.93$ A e $c_o = 7.37$ A. $\alpha = 91.8$ $\beta = 104,5°$ a 105° C. $\gamma = 99°$. O parâmetro C_o possui, para este autor, um valor de quase 50 % daquele que GRÜNER determinou.

Haloisite

A haloisite encontra-se em duas formas, com nomenclatura variada e confusa, como se disse anteriormente (Capítulo II), $Al_2O_3 2SiO_2 2H_2O$ metahaloisite ou haloisite e $Al_2O_3 2SiO_2 4H_2O$ haloisite hidratada, endellite ou simplesmente haloisite.

A haloisite pròpriamente dita, a que possui duas moléculas de água, supõe-se possuir estrutura semelhante à da caulinite, estando porém, segundo HENDRICKS (1938), as camadas tipo caulinite interceptadas por membranas de água.

Este mineral tem a particularidade de provir da haloisite hidratada (endellite) pela perda irreversível de $2H_2O$ a baixa temperatura (HENDRICKS, 1938). Esta desidratação supôs-se resultar da interacção dos grupos (OH) de uma camada, com os mesmos grupos de outra. Esta hipótese parece ser contestável, pois é difícil admitir que uma reacção dessa natureza exija uma soma tão pequena de energia visto produzir-se a temperatura de 50° C.

MEHMEL (1935) sugeriu que a estrutura da haloisite hidratada seria contituída por camadas de $Al_2(OH)_6$ e $Si_2O_3(OH)_2$ sobrepostas. As dimensões da rede determinadas por MEHMEL (1935) são respectivamente de $a_0 = 5.20$ A, $b_0 = 8.92$ A, $c_0 = 10.25$ A $\alpha = 100°$.

BRINDLEY e ROBINSON (1948) verificaram que os parâmetros $a_0 = 5.14$ A, b_0 -8.93 A, da haloisite são pràticamente idênticos aos da caulinite. Todavia, o valor de *d* superior a 7.20 A, para a haloisite é maior do que 7.132 A calculados e obtidos experimentalmente para a caulinite.

Acção da temperatura na estrutura das caulinites e haloisites

A caulinite parece não sofrer qualquer modificação na sua estrutura até temperatura de 450° C. A temperaturas mais elevadas com a libertação dos grupos (OH) inicia-se a destruição da estrutura cristalina que desaparece completamente a cerca de 600° C.

O estudo da modificação na estrutura cristalina da caulinite e haloisite foi feito com um aparelho especial estudado por VALKENBURG e McMURDIE (1947) que se adapta ao espectrómetro Norelco de raios X equipado com o contador de Geiger.

A figura 7 mostra os diagramas de uma haloisite hidratada à temperatura ambiente, aquecida a temperaturas de 350°, 600° e 1.100° C.. A passagem de haloisite hidratada a haloisite pròpriamente dita é assinalada por um aumento de intensidade das reflexões dos planos basais (001) e (002) e o desaparecimento de uma reflexão correspondente a um valor de *d* de cerca de 10 A.

Estes dados estão, de resto, em pleno acordo com os obtidos por BRINDLEY (1946) e BRINDLEY, ROBINSON e MacEWAN (1946).

A partir da temperatura de 600° C. o contador de Geiger

deixa de receber radiações, mostrando o diagrama que a estrutura do material foi completamente destruída e que as substâncias resultantes se encontram em estado amorfo.

MICROSCOPIA ELECTRÓNICA

Equipamento

A morfologia das partículas da argila foi estudada no microscópio electrónico modelo Universal da R. C. A. tipo EMU, pertencente aos laboratórios da Secção de Constituição e Microestrutura da Divisão de Produtos Minerais do «National Bureau of Standards» dos Estados Unidos da América do Norte.

As características do aparelho encontram-se pormenorizadamente descritas por inúmeros autores e publicadas nos catálogos e publicações da R. C. A., destacando-se os trabalhos recentes de GABOR (1948), BURTON e KOHL (1948) e WICKOFF (1949).

O instrumento do Bureau of Standards inclue lente magnética, recentemente introduzida no modelo, permitindo a ampliação contínua de 1.000 a 24.000 diâmetros, o que torna o manejo do aparelho mais fácil e mais rápido e, portanto, mais prático. Para melhores resultados o microscópio electrónico, além de trabalhar em câmara escura, assenta numa base invibrável. A câmara é isolada elèctricamente por meio de uma rede metálica, e o seu ar, humidade e temperatura estão condicionados. Faz parte do equipamento do laboratório um aparelho do mesmo fabricante destinado a sombrear as preparações, (1) com o fim de avaliar as características da terceira dimensão das amostras a estudar.

Método

As condições do vácuo muito perfeito, em que tem de trabalhar a coluna do microscópio electrónico, onde se colocam as preparações, torna só por si difícil conseguir um método satisfatório para a preparação de amostras a examinar, pelo menos para todas aquelas substâncias que, com o processo de desidratação, possam sofrer alterações profundas na sua morfologia. Está neste caso a haloisite hidratada, que passa irreversìvelmente a haloisite, sob condições de vácuo a baixa temperatura, como devem ser as condições

(1) «Shadow Caster» da R. C. A.

de operação do microscópio electrónico. O mesmo acontece com várias outras substâncias, especialmente no campo da biologia.

Conseguir um método que proteja as amostras da acção desidratante do vácuo, preservando-as na sua estrutura original, tem sido até agora um dos problemas insolúveis da microscopia electrónica.

Nas preparações realizadas para este trabalho o método seguido consta, na sua essência, de 4 operações:

a) Dispersão da argila em água e diluição da suspensão até às concentrações necessárias;
b) Montagem da amostra em membranas de «formvar» [1] assentes em redes de 200 malhas, incluindo a preparação de vários espécimes para cada amostra e o respectivo exame preliminar no microscópio;
c) Sombreamento com crómio, urânio ou platina, quando julgado necessário;
d) Microfotografia.

O poder de resolução do instrumento, talvez equivalente a 50 A, mas certamente superior a 100 A, e a sua profundidade de foco, muito superior à do microscópio óptico, não oferecem restrições à observação do tamanho e forma das partículas argilosas. As limitações do método e do seu rigor provém, em primeiro lugar, como é óbvio, da amostragem, principalmente da selecção das chamadas amostras representativas. Só a seguir figuram as dificuldades em conseguir uma dispersão adequada das partículas de argila e uma diluição da suspensão que produza as concentrações desejadas. Evidentemente que o aparelho possui as restrições inerentes a qualquer instrumento morfológico, pois revela a presença de um mineral apenas pela sua forma. Muitas vezes, e em casos correntes, o estado de fragmentação do material torna impossível a identificação.

Esta incapacidade é bastante importante para colocar o microscópio electrónico em plano secundário no estudo dos minerais das argilas, se o compararmos isoladamente com a ATD, ou com os Raios X. Porém, ao mesmo tempo, porque é uma ferramenta morfológica e às vezes identifica um mineral sem controvérsia, isso só

---

[1] «Polyvinal Formal».

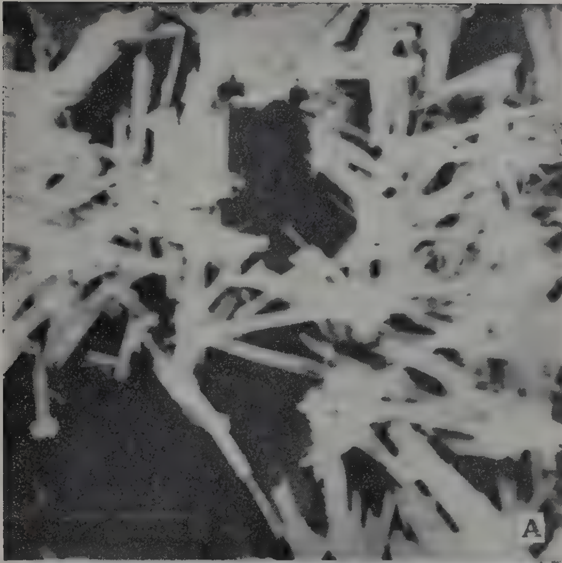
por si confere-lhe suficiente importância para se lhe dar lugar de destaque, ou mesmo torná-lo indispensável, num laboratório que deseje estudar sèriamente problemas de estrutura dos minerais das argilas. Por exemplo, os trabalhos já célebres de BRINDLEY e ROBINSON (1946, 1947 e 1948) acerca da estrutura dos minerais dos grupos do caulino carecem de observação morfológica para poderem ser considerados definitivos. A categoria intermediária, que estes autores estabeleceram para a «Fire Clay», não se teria mantido, possìvelmente, se o material tivesse sido examinado no microscópio electrónico. Caso semelhante se passou connosco durante a realização deste estudo. A haloisite proveniente do Condado Real do Texas teria seguramente sido classificada de caulinite, se as microfotografias não revelassem tratar-se de uma haloisite invulgar constituída por cristais gigantes. O seu espectrograma de Raios X (Fig. 9) aproxima-a do valor do espaçamento da reflexão do plano basal (001) e das outras reflexões que então se consideravam ser o modelo do diagrama da caulinite. Em virtude do microscópio electrónico, o conhecimento acerca da haloisite alargou-se notàvelmente, permitindo, em certas circunstâncias, diferençar com segurança este mineral das caulinites. O trabalho de DAVIS *et al.* (1950), apenas para citar o trabalho mais recentemente publicado sobre microscopia electrónica dos minerais da argila, revela com clareza como esta técnica pode contribuir para o estudo dos micro-cristais.

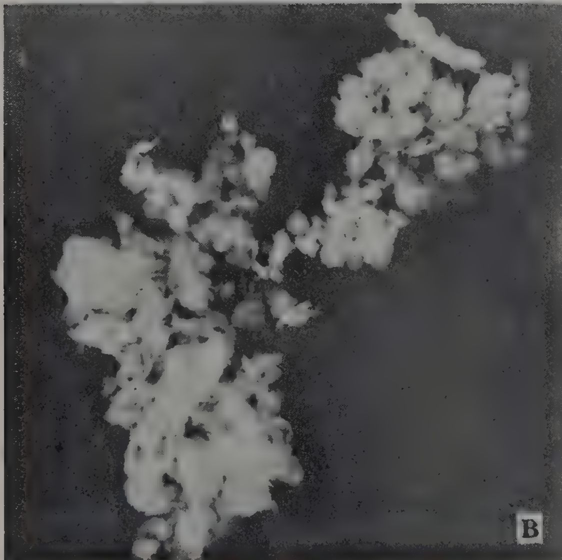
Morfologia e dimensões dos cristais

As observações feitas no microscópio electrónico mostram que o tamanho dos cristais da caulinite existentes nas argilas do solo é, em geral, muito mais pequeno do que o encontrado para os mesmos minerais, quando provenientes dos chamados depósitos geológicos. Os primeiros (Est. IA) nunca conseguem o mesmo grau de perfeição cristalina dos segundos que, frequentemente, possuem cristais «euedros» bem desenvolvidos e de dimensões muito maiores (Est. IB) e podem variar muito de tamanho. O microscópio electrónico revelou-nos que as suas dimensões oscilam geralmente entre 500 A e 50.000 A ([1]). Sem dúvida, estes limites devem ser ainda mais afastados. Nos solos, porém, raramente são maiores

---

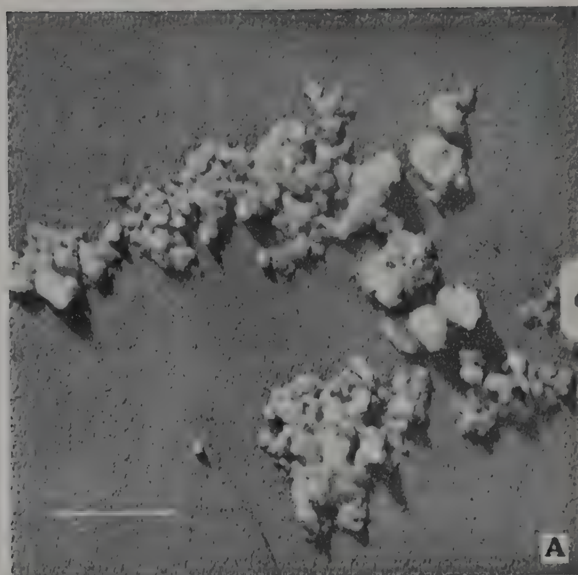
([1]) Veja-se Colloidal Dispersions por EARL K. FISCHER, 1950, nota à margem n.º 151 a, pág. 61.

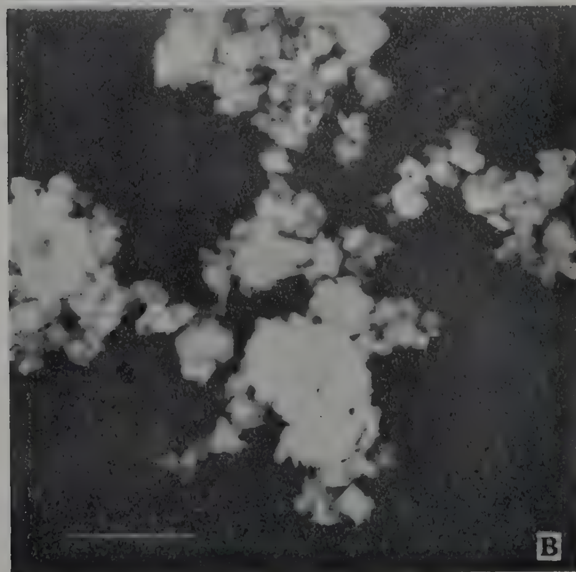




A — Haloisite do Condado Real do Texas, mostrando cristais muito grandes que lembram os tubos de BATES.

B — A argila de Beja parece conter hexágonos e cristais de haloisite.





A — No material presente na argila de Sagres foi impossível identificar cristais de caulinite ou de haloisite.

B — Caulinite Hawthorne da Flórida com hexágonos de dimensões pequenas.

do que 1.000 A. Os cristais da haloisite são geralmente mais pequenos. Caracterizam-se por uma forma especial, alongada, semelhante a bastonetes, descrita como tiras ou fitas (1) por ALEXANDER e colaboradores (1943), ou tubos, segundo a hipótese arrojada do BATES (1949), ou ainda prismas, como se depreende da Est. III A.

Estes cristais variam em dimensões dentro de limites mais apertados, 1.000 a 2.000 A de comprimento, o que sugere que o desordenamento ou distorção do plano reticular da haloisite pode restringir ou mesmo prejudicar consideràvelmente o seu desenvolvimento cristalino.

Pelo exame microscópico verificou-se que a argila do Texas (Est. III A) possui os maiores e mais perfeitos cristais de haloisite observados e que o solo Mecklenburg foi aquele em que se encontraram cristais de dimensões mais reduzidas.

A haloisite hidratada (endellite) e a haloisite pròpriamente dita parecem, no campo microscópico, possuir morfologia análoga. Porém, os diagramas de Raios X registam diferenças consideráveis (Fig. 7) que já anteriormente tinham sido observadas por MacEWAN (1946) e BRINDLEY e GOODYEAR (1948). Para surpreender o processo de transformação da haloisite hidratada (endellite) em haloisite decidiu-se observar a haloisite hidratada (endellite) proveniente de Eureka, Utah, a melhor amostra desse tipo de mineral que se conhece, no microscópio electrónico, antes e depois de aquecida a 350° C. durante duas horas. Embora a passagem a haloisite já tivesse de certeza acontecido, não se notou diferença apreciável na morfologia cristalina, como seria de esperar. Porquê? Teria a desidratação, que sofre a endellite no microscópio electrónico durante a observação, sido suficiente para a sua transformação em haloisite? As limitações actuais dos métodos de preparação deixam dúvidas, quanto à validade do ensaio, para decidir definitivamente da analogia morfológica entre os dois minerais.

OS MINERAIS DO CAULINO DE ALGUNS SOLOS VERMELHOS

Esta parte do trabalho incidiu sobre as vinte amostras de solo indicadas no Quadro II, de preferência provenientes do horizonte B do perfil.

---

(1) «Laths».

A fracção argilosa destes solos, separada por sedimentação ou centrifugação, foi estudada pela ATD, Raios X e Microscopia Electrónica, tendo sido algumas amostras examinadas antes e depois de se proceder à extracção dos compostos livres de ferro. A escolha do processo a adoptar para a separação do ferro baseou-se no estudo preliminar comparativo dos métodos usados por DION (1944), JEFFRIES (1946) e SCHOFIELD (1949). Este último, inspirado no processo clássico da redução fotoquímica dos compostos de ferro em presença de uma solução de acetato de sódio sob a acção da luz solar, embora mais lento do que os outros, foi adoptado e modificado por ser talvez o que produz menor alteração nos minerais das argilas, como se verificou no decorrer do trabalho.

A principal modificação introduzida no método consistiu na determinação do comprimento da onda luminosa mais adequada e na consequente substituição da luz solar por uma fonte de luz apropriada. Desta forma o método tornou-se mais rápido, eficaz e independente das condições do tempo, com a vantagem de permitir trabalhar durante a noite. A concentração das soluções usadas, assim como outros pormenores do método, vêm descritos no citado trabalho de SCHOFIELD.

As curvas de ATD obtidas para as argilas dos solos e expressas na Fig. 11 mostram que o caulino faz parte, em quantidades variáveis, de quase todas as amostras estudadas, juntamente com outros minerais, tais como illites, montmorilonites, gibsites e limonites.

Os valores de S calculados para estas amostras vêm expressos no Quadro VII. Uma das características comuns a um grande número de ATD é a forma assimétrica da curva endotérmica do caulino considerada característica das haloisites. Portanto, segundo os resultados da ATD, seria de admitir que a haloisite fosse um dos principais minerais de muitas argilas estudadas.

Verificou-se, no entanto, que algumas vezes o valor de S muito baixo da ATD, o que indicaria o predomínio da caulinite, está em contradição com as determinações de Raios X que, pelas reflexões e espaçamentos, indicam constituição haloisítica. É possível que a presença de algumas illites na composição de certas argilas contribua para a anomalia observada na ATD pela sobreposição ou influência da reacção endotérmica de pequena deflexão, característica das illites, na morfologia da curva ponteaguda e assimétrica da reacção endotérmica da haloisite. O resultado da interacção dos

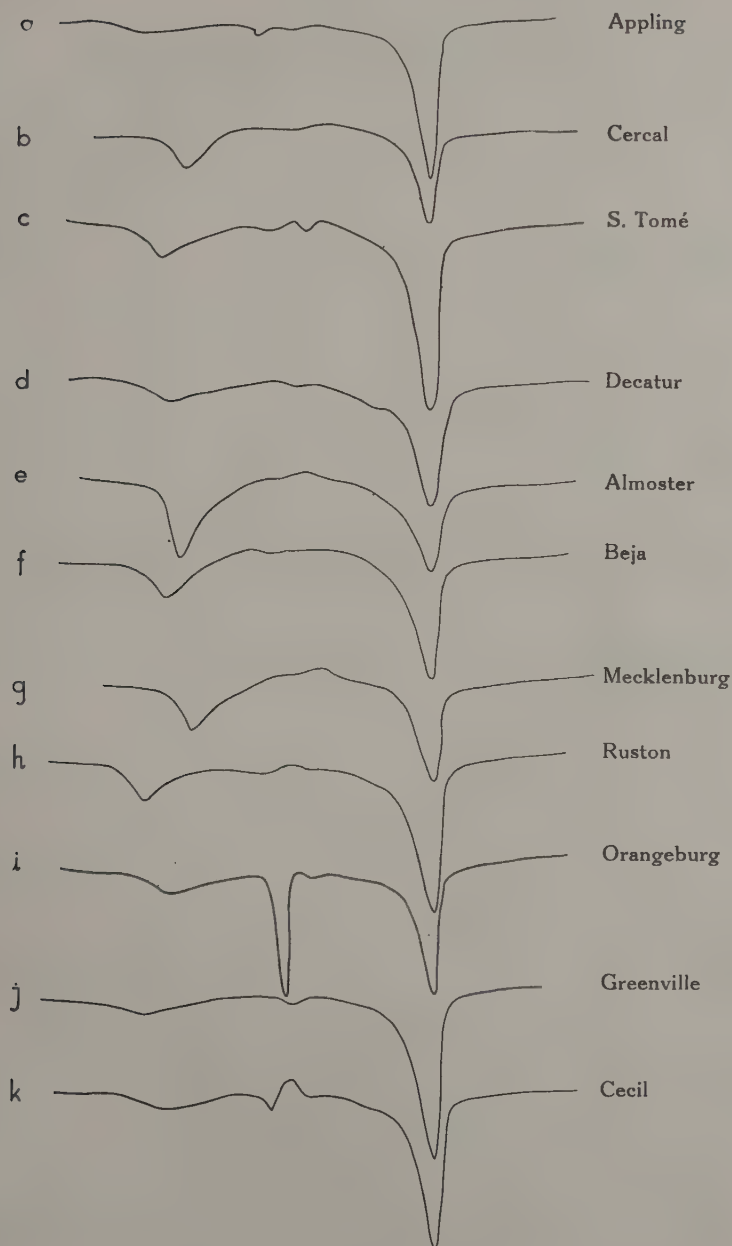


Fig. 11 — A ATD das argilas dos solos.

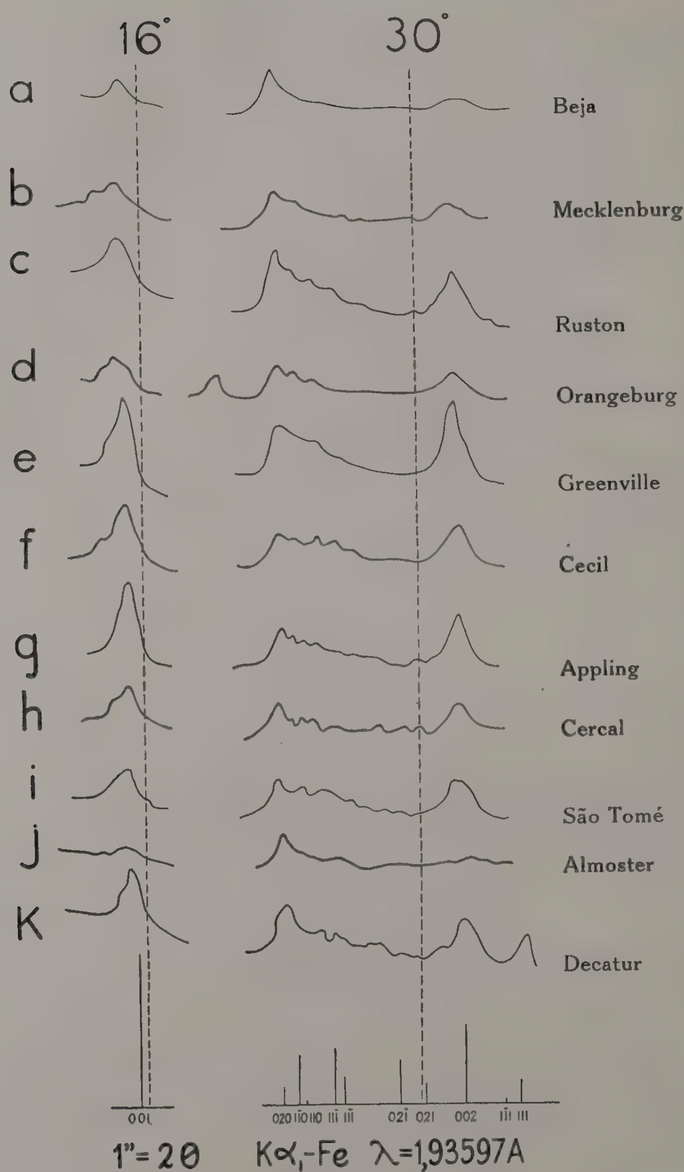


Fig. 12 — Espectrogramas de raios X dalgumas argilas dos solos.

QUADRO IX

MINERAIS PROVÀVELMENTE PRESENTES NAS ARGILAS DOS SOLOS

Solos	Reflexões dos planos				Outras reflexões	Diagnóstico provável
	(001)	d A	(002) e (020)	hkl		
Albergaria 298	fl	—	—	—	e identificáveis	Montmorilonite e illites
Almoster 269	fl	—	fl	—	—	haloisite, caulinite e illite (partículas muito pequenas)
Appling	ia	7.23 A	(002) > (020)	f	F	caulinite
Beja, 410	f	7.3 7.35	(002) m < (020)	—	e identificáveis	haloisite com caulinite e illites
Decatur c — 7180	Ma	7.2	(002) > (020)	Mf	—	caulinite casualmente empilhada (mal cristalizada)
Decatur E. 1563	fl	7.23 7.42	(002) < (020)	—	—	principalmente haloisite
Dewey c — 120	fl	7.3 7.5	(002) m > (020)	—	(hk) e	haloisite com caulinite casualmente empilhada e alguma illite
Caneças 400 B	—	—	—	—	e identif.	montmorilonite
Cecil, 9416	il	7.25 7.4	(002) > (020)	f	e	caulinite com alguma haloisite e gibsite
Cecil, 5065	ia	7.23	(002) > (020)	f	e identificáveis	caulinite com pouca haloisite
Cecil, 3866	fl	7.3	(002) < (020)	—	—	principalmente haloisite e bastante gibsite
Cercal, 777	ai	7.23	(002) > (020)	—	(hk) e	caulinite bem cristalizada e illite
Fullerton c — 109	f	7.21	—	f	e	caulinite casualmente empilhada
Greenville c — 1067	ia	7.23	(002) > (020)		e identificáveis	caulinite

QUADRO IX *(Continuação)*

Solos	Reflexões dos planos				Outras reflexões	Diagnóstico provável
	(001)	d A	(002) e (020)	hkl		
Hagerstown	fl	7.2 7.3	(002) > (020)	mf	—	caulinite casualmente empilhada e illite
Marinha 401 B	fl	7.2 7.4	—	—	e identificáveis	caulinite casualmente empilhada alguma haloisite, illite e geotite
Mecklenburg	l	7.25 7.4	(002) < (020)	—	—	haloisite
Norfolk	i	7.2	(002) = (020)	f	—	caulinite com alguma illite e montmorilonite
Ora	fl	7.2 7.4	(002) m < (020)	—	—	haloisite, caulinite e illite
Orangeburg C-289	l	7.4	(002) < (020)	mf	—	haloisite e gibsite
Pheba	fl	7.2 7.4	(002) = (020)	—	—	haloisite
Red Bay	ia	7.23	(002) > (020)	f	e	caulinite, partículas pequenas
Ruston	i	7.3	(002) < (020)	—	—	haloisite
Ruston Flórida	fl	7.28 7.37	(002) < (020)	—	—	haloisite e vestígios de gibsite
Sacavém 402 B	fl	7.14 7.4	—	—	(hk) Fe	caulinite, illite e alguma haloisite
Sagres	f	7.23	(002) fl	—	(hk)	caulinite, illite e alguma haloisite
S. Tomé	ia	7.23	(002) = (020)	e	e	caulinite

a — ponteaguda
f — fraca
M — média
i — intensa

e — Existentes
m — muito
l — larga e arredondada

dois efeitos endotérmicos na morfologia da curva resultante pode tornar o problema para a ATD confuso e de resolução difícil. Por isso, foi necessário recorrer às técnicas de difracção pelos Raios X, microscopia electrónica ou ainda difracção electrónica.

O resultado da difracção pelas radiações X está expresso no Quadro IX e algumas das características mais importantes dos diagramas de difracção na Fig. 12.

QUADRO X

AGRUPAMEMTO DOS SOLOS SEGUNDO AS CARACTERÍSTICAS DAS SUAS ARGILAS

Grupos	Características dos diagramas de difracção	Argilas dos Solos
1	Reflexões do plano basal (001) intensa e aguda; *d*, cerca de 7,25; linhas (*hkl*) presentes. Diagnóstico caulinite.	Appling, Cecil 5065, Cercal, Greenville, Norfolk, Red Bay, S. Tomé.
2	Reflexões do plano basal, fracas e difusas; *d*, variável de 7.3 a 7.45; linhas (*hkl*) ausentes; (020) mais forte que (002). Diagnóstico haloisite	Beja, Cecil 9416, Decatur, E. 1563, Iredell, Orangoburg, Ruston
3	Reflexões do plano basal, fracas e difusas; *d* de 7.3 a 7.45; linhas (*hkl*) ausentes ou muito fracas. Diagnóstico caulinite casualmente empilhada da mistura de caulinite e haloisite.	Cecil 5065, Decatur C-7180 Fullerton e Marinha.
4	Reflexões do plano basal, fracas e difusas; *d* de 7.3 a 7,45; outras linhas do caulino ausentes. Diagnóstico illite com montmorilonite e misturas em que o caulino casualmente empilhado pode estar presente em percentagem muito pequena.	Almoster, Hagerstown, Ora Pheba, Sacavém e Sagres

Os diagramas de difracção dos solos estudaram-se e classificaram-se em relação às seguintes características:

a) valores do espaçamento *d*, forma e intensidade das reflexões dos planos basais (001);
b) relação de intensidade das linhas (020) e (002);
c) presença e intensidade das reflexões correspondentes a (*hkO*) e (*hkl*).

Do Quadro IX pode concluir-se que nenhuma das argilas provenientes de solos estudados neste trabalho possui valores de *d* idênticos aos da caulinite pura e bem cristalizada, nem reflexões (*hkl*) bem desenvolvidas.

Considerando as características do diagrama de difracção de radiações X e os valores expressos no Quadro IX foi possível classificar as argilas dos solos em quatro grupos, como vem expresso no Quadro X.

DISCUSSÃO DOS RESULTADOS OBTIDOS NO ESTUDO DAS ARGILAS DOS SOLOS

Nunca encontrámos nesta parte do trabalho caulinites tão bem cristalizadas, formando cristais de dimensões grandes e com o valor do espaçamento *d* de 7.15 A, como nas provenientes de depósitos geológicos. Mesmo quando a caulinite e os óxidos de ferro são os únicos componentes das argilas de solos, ainda neste caso, estas caulinites quase puras produzem espectrogramas de radiações X deficientes em inúmeras reflexões (*hk*) e (*hkl*) e com valores de *d* (7.23 A e 7.4 A) demasiadamente elevados para as reflexões dos planos basais (00*l*). As linhas são também geralmente mais difusas e de menor intensidade.

Estas características podem ser interpretadas da maneira seguinte:

a) As curvas de ATD, bem como os espectrogramas, assemelham-se aos obtidos para misturas de caulinite e haloisite ou mesmo até, em alguns casos, aos da haloisite. Seria lógico concluir que estes espectrogramas de linhas difusas fossem devidos à presença da haloisite em quantidades variáveis, talvez de 50 a 100 por cento. A ausência aparente de cristais de haloisite na maioria das preparações observadas no microscópio electrónico, em que figuram às vezes os pseudo-hexágonos característicos da caulinite (Est. I A), põe em dúvida a doutrina da presença da haloisite nas argilas de todos os solos observados, se bem que a teoria se tivesse confirmado para alguns casos.

b) O estudo da ATD, que se descreve no Cap. III, mostra a relação entre tamanho da partícula e forma da curva endotérmica. Partículas extremamente pequenas 25 μ, como

as observadas no microscópio electrónico poderiam talvez produzir os efeitos de assimetria observados nas curvas de ATD. Porém, esse tamanho de partículas não interfere com o diagrama de raios X, produzindo linhas fracas e difusas, nem omite algumas reflexões. A caulinite Hawthorne da Flórida, por exemplo, deu por um lado um espectrograma de difracção das radiações X (Fig. 9) com as reflexões e intensidades muito próximo do espectrograma teórico e, por outro, devido ao tamanho extremamente pequeno das partìculas, um diagrama de ATD assimétrico.

c) Partìculas de tamanho muito pequeno, como geralmente se encontram as argilas do solo, misturadas com substâncias amorfas, podem produzir espectrogramas com as reflexões basais enfraquecidas e uma desorganização das reflexões *(hk)* e *(hkl)*, como aconteceu com a caulinite «China clay» misturada com um aglutinante, experiência a que se fez anteriormente referência. Porém, esta mistura não causou alargamento e difusão das reflexões correspondentes ao plano basal (001), nem modificou o respectivo valor de *d*.

As caulinites das argilas dos solos não só são constituídas por partículas muito pequenas, como é provável também que pertençam ao tipo « casualmente empilhadas » e, portanto, de uma perfeição cristalina bastante limitada. Os espectrogramas da difracção mostram as características de empilhamento irregular das redes a duas dimensões, visto que, geralmente, as reflexões (020) são muito fortes em relação às *(hk)* e *(hkl)*, e mesmo em confronto às basais de primeira e segunda ordem. Portanto, é razoável concluir que o empilhamento homogéneo não vai além de algumas malhas prismáticas em espessura para logo ser interrompido por uma camada laminar de outro mineral ou simplesmente por camadas hidratadas.

O papel dos compostos de ferro e de alumínio, que acompanham a formação do caulino e por vezes nele ìntimamente misturados, não está ainda bem esclarecido. É possível, no entanto, que contribuam para o irregular crescimento cristalino.

Algumas argilas dos solos herdaram o caulino do material geológico originário, geralmente bem cristalizado. É natural que essas argilas conservem um pouco a característica herdada e, por

conseguinte, possuam esses minerais em estado de maior ou menor perfeição cristalina.

Por outro lado, argilas acumuladas pelo transporte e deposição de materiais provenientes de solos mais antigos ou pela formação *«in loco»* dos próprios minerais caracterizam-se por minerais do tipo de cristalização mais imperfeito e irregular.

Será arrojado supor que do excesso de humidade de tantos solos e da acção intensa da zona de meteorização resulte como que uma sequência na génese dos minerais da argila, que, partindo da haloisite hidratada, seguisse através da haloisite até a caulinite casualmente empilhada?

Se considerarmos a semelhança, que tantas argilas do solo têm com a haloisite, parece justificar-se que a hipótese exposta não deva, *à priori*, ser abandonada.

CONCLUSÕES

Do estudo do conjunto dos elementos obtidos durante a investigação científica, que se relata nesse trabalho, resultam as seguintes conclusões:

1. A forma da curva endotérmica da ATD dos caulinos depende do tamanho das partículas e da sua perfeição cristalina.

2. Os valores de S obtidos para as argilas puras separam-nas em duas classes bem distintas: — Caulinites com valores inferiores a 2 e haloisites com valores de 2,5 a 4. O factor S serve também para avaliar do grau de perfeição cristalina do mineral e das suas dimensões médias.

3. A intensidade relativa das linhas de difracção dos raios X das haloisites e caulinites, minerais de hábito laminar ou folhear, é prejudicada ou pelo menos muito influenciada pelas reflexões basais, resultantes da natural tendência para a orientação preferencial. Por isso, determinações quantitativas da caulinite nesta base são de resultados duvidosos.

4. As haloisites são caracterizadas por um espaçamento basal igual ou maior do que 7,25 A, produzido por uma reflexão difusa pouco intensa, por algumas outras linhas difusas e pelas reflexões (020) com um espaçamento de 4.47 A. Contudo, uma destas argilas, provenientes do Texas e constituída por cristais de grandes dimen-

sões, produziu reflexões intensas dos planos basais com valores de *d* da caulinite, e deu reflexões, respectivamente de planos de 4,28 A e 4,05 A desconhecidas nos diagramas das caulinites e haloisites.

5. A haloisite não só é o principal mineral das argilas dalguns solos como entra provàvelmente na composição de muitos outros.

6. A caulinite encontra-se em inúmeros solos em geral mal cristalizados, casualmente empilhada ao longo do eixo C, provàvelmente hidratada ou com camadas intercalares, produzindo intercrescimentos com outros minerais das argilas.

BIBLIOGRAFIA

ALEXANDER, L. T., HENDRICKS, S. B. and NELSON, R. A.

1939 Minerals Present in Soil Colloids: II. Estimation in Some Representative. *Soils Soil Sci.*, **48** : 273-279.

ALEXANDER, L. T., FAUST, G. T., HENDRICKS, S. B., INSLEY, H. and McMURDIE, H. F.

1943 Relationship of the Clay Minerals Halloysite and Endellite. *Amer. Min.*, **28** : 1-18.

ALVFELDT, OLOV

1941 Minerals of the Varuqräsk Pegmatite. XXI. X-ray study on kaolinite as an alteration product of spodumene from vaeruträsk. *Geol. fören. Stockholm Förh.*, **63** : 49-51.

BATES, THOMAS F., HILDEBRAND, FRED A. e ADA SWINEFORD

1949 Morphology and Structure of Endellite and Halloisite. Em publicação.

BERKEL, LOUIS H.

1945 An Apparatus for Differential Thermal Analysis. U. S. Dept. of the Interior. *Bur. of Mines, Tec.* paper **664**.

BRAMÃO, D. LUÍS

1939 O Raios X na Identificação dos Minerais da Argila. *Revista agronómica*, **27** : 429-440.

1949 *Carta dos Solos de Portugal*, Ministério da Economia, Direcção Geral dos Serviços Agrícolas, Estação Agronómica Nacional.

BRAMÃO, D. LUÍS, CADY, J. G. and HENDRICKS, S. B.

1950 The Determination of Halloysite and its use in the Study of Red soils. *Trans. Fourth Inter. Congress of Soil Science* Amsterdam **1** : 313.

BRINDLEY, G. W. and ROBINSON, K.

1945 Structure of Kaolinite. *Nat.*, **156** : 661.

1946 Randomness in the Structure of Kaolinite Clay Minerals. *Trans. Faraday Soc.* **42** B.

1946 The Structure of Kaolinite. *Min. Mag.*, **27** : 242-253.

BRINDLEY, G. W., ROBINSON, K. and MACEWAN, D. M. C.

1946 The Clay Minerals Halloysite and Metahalloysite. *Nat.* **157** : 222.

1947 IV-An X-ray Study of some Kaolinitic Fireclays. *Trans Brit. Ceram. Soc*, **46** : 49-59.

1948 X-Ray Studies of Halloysite and Metahalloysite. *Min. Mag.*, **28** : 293-428.

1948 Part. I. The Structure of Metahalloysite an Example of a Random Layer Lattice. *Min. Mag.*, **28** : 203.

BRINDLEY, G. W. and GOODYEAR, J.

1948 X-Ray Studies of Halloysite and Metahalloysite. Part II. The Transition of Halloysite to Metahalloysite in Relation to Relative Humidity. The *Min. Mag.*, **28** : 393-428.

BURTON, E. F. KOHL, W. H.

1948 The Electron Microscope. An Introduction to its Fundamental Principles and Applications. Second Edition-Second Printing Reinholds Publishing Corporation New York N. Y. U. S. A.

DAVIS, D. W. ROCKOW, T. G. and ROWE, F. G. FULLER, M. L. KERR, P. F. and PEGGY-KAY HAMILTON

1950 Electron Micrographs of Reference Clay Minerals. *Prelim. Rep.* n.º *6 Columbia* Univ. New York

DEAN, L. A.

1947 Differential Thermal Analysis of Hawaiian Soils. *Soil. Sci.* **63** (2).

DION, H. G.

1944 Iron Oxide Removal from Clays and its Influence on Base-Exchange Properties and X-ray Diffraction Patterns of the Clays. *Soil Sci.* **58** : 411-424.

FAUST, GEORGE T.

1948 Thermal Analysis of Quartz and its Use in Calibration in Thermal Analysis Studies. *Amer. Min.* **33** : 337-345.

FAUST, GEORGE T. and HENDRICKS, S. B.

1950 The Endellite-Halloysite Nomenclature. Manuscripto em publicação.

GABOR, Dr. D.

1948 *The Electron Microscope.* Chemical Publishing Co., INC. Brooklyn, New York.

GOUVEIA, D. H. G.

1943 Os Solos Almoster e Albergaria. Estudo Preliminar das suas Argilas. *Agron. lusitana*, **5** (1) : 5-55.

GRIMSHAW, W. E., HEATON and ROBERTS, A. L.

1945 The Conservation of Refractory Clays. *I* and *II. Trans. Brit. Ceramic. Soc.* **44**.

GRÜNER, JOHN W.

1932 The Crystal Structure of Kaolinite. *Zeits Krist.*, **83** : 75-85.

HENDRICKS, S. B.

1936 Concerning the Cristal Structure of Kaolinite, Al_2O_3, $2SiO_2$, $2H_2O$, and The Composition of Anauxite. *Zeits. Krist.*, **95** : 247-252.

1938 On the Crystal Structure of the Clay Minerals : Dickite, Halloysite and Hidrated Halloysite. *Amer. Mineralogist*, **23** : 295-301.

HENDRICKS, S. B. and ALEXANDER, L. T.

1939 Minerals Present in Soil Colloids: I. Descriptions and Methods for Identification. *Soil Sci.*, **48** : 257-271.

JEFFRIES, C. D.

1946 A Rapid Method for the Removal of Free Iron Oxides in Soil Prior to Petrografic Analysis. *Soil Sci. Soc. of Amer.* **11** : 211-212.

JOHNSON, S. W. and BLAKE, J. M.

1867 On Kaolinite and Phole rite: *Amer. Iourn. Sci.*, 2d ser., **43** : 351-361.

KERR, PAUL F. and KULP, J. L.

1948 Multiple Differential Thermal Analysis. *Amer· Min.* **33** : 387-419.

KERR, PAUL F. KULP, J. L. and HAMILTON, P. K.

1949 Differential Thermal Analysis of Reference Clay Mineral Specimens. *American Petroleum Institute Prelim. Rep. n.º 3. Columbia Univ.* New York.

MACEWAN, D. M. C.

1946 The Clay Minerals Halloysite and Metahalloisite. *Nat.*, **157** : 225.

1947 The Nomenclatura of the Halloysite Minerals. *Mineralog. Mag.*, **28** : 36-44.

MARSHALL, EDMUND C.

1949 *The Colloid Chemistry of the Silicate Minerals. Acad.* Press INC. Publishers New York, N. Y.

McCREERY, GEORGE L.

1949 Improved Mount for Powdered Specimens Used on the Geiger Counter X-Ray Spectromere. *The J. of Amer. Ceram. Soc.* **32** : 141-146.

MEHMEL, M.

1935 Über die Struktur von Halloysite und Metahalloysite. *Zeits. Krist.*, **90** : 35-43.

MURRAY, P. and WHITE, J.

1949 Kinetics of the Thermal Dehydration of Clays. *Trans. Brit. Ceram. Soc.* **48** : 187-206.

NORTON, F. H.

1939 Critical Study of the Differential Thermal Method for the Identification of the Clay Minerals. *J. Amer. Ceram. Soc.*, **22** 54-63.

1940 Analysis of High-Alumina Clays by the Thermal Method. *J. Amer. Ceram. Soc.*, **23** : 281-282.

PASK, JOSEPH A. and BEN DAVIES

1955 Thermal Analysis of Clay Minerals and Acid Extraction of Alumina from Clays. U. S. Dept. of the Interior. *Bur. of Mines, Tech.* paper **664**.

RICHMYER, F. K.

1934 *Introduction to Modern Physics.* Mc Graw-Hill Book Co.

ROSS, CLARENCE S. and KERR, PAUL F.

1948 The Kaolin Minerals. U. S. Geological Survey, Professional Paper 165-E.

SCHOFIELD, R. K.

1940 Clay Minerals Structures and their Physical Significance. *Trans. Brit. Cer. Soc.* **39** : 147-161.

1949 Effect of pH on Electric Charges Carried by Clay Particles. *J. of Soil Sci.*, **1** : 1-8.

SPEIL, SYDNEY

1945 Applications of Thermal Analysis to Clays and Aluminous Minerals. U. S. Dept of the Interior. *Bur. of Mines. Tech.* Paper **664**.

VALKENBURG, JR. ALVIN VAN, and McMURDIE, H. F.

1947 High-Temperature X-Ray Difraction Apparatus. National Bureau of Standards. *J. of Res.* **38**: 315-418.

WYCKOFF, R. W. G.

1949 *Electron Microscope*. Interscience Publishers INC., New York and London.

ADVANCE NOTE ON THE PRODUCTION OF POLYPLOIDS IN *VITIS VINIFERA* L.

BY *J. LEÃO FERREIRA DE ALMEIDA*
(Estação Agronómica Nacional)

RESEARCH work on vine breeding has been conducted according to a plan, since 1948, by «Estação Agronómica Nacional» in cooperation with «Junta Nacional do Vinho». One of the main lines of this work is concerned with the obtaining of polyploids by means of physical and chemical agents normally used in research work of this kind.

In the present advance note, reference is made to the results obtained by means of the treatment with one of these physical agents, viz., thermic shock.

As it is well known, woody plants are resistant to the action of colchicine in the formation of polyploids; this, however, does not happen when heat-shocks are used at the moment of P. M. C. and E. M. C. divisions, and if applied during a convenient length of time and with a suitable temperature.

Owing, however, to the great number of flowers of the vine inflorescence, and to their asynchronous development, P. M. C. divisions are not simultaneous. Owing to this fact, the heat--treatment does not actuate equally on the whole inflorescence. For this reason, the formation of pollen grains and ovules with diploid constitution — from the fusion of which result triploid and tetraploid zygotes, — occurs in a small degree. Another factor which hampers the formation of polyploid zygotes is due to the fact that it is far more likely that fertilization of ovules will occur more often by means of haploid than by means of diploid pollen grains.

In the course of our work, we had the opportunity of observing that, under the conditions of our climate, thermic shocks at temperatures over 50° C. and for periods of over 5 minutes are lethal, whereas if applied at temperatures between 30 to 45° C. for periods of 10 to 30 minutes, they not only did not affect the

vitality of the inflorescence but were also able to produce diploid gamets.

By this method we were able to obtain triploid and tetraploid plants from Portuguese varieties of *Vitis vinifera*. These plants were discovered by means of cytological examination of a few hundreds of seedlings obtained from the inflorescences treated with heat-shocks.

The apparatus used for these treatments is rather simple, and was used by CÂMARA (1936) in the induction of polyploids in wheat.

CÂMARA, A.

1936 Elementos para o estudo da indução de poliploides no Trigo. *An. Inst. Sup. Agronomia* **7** (2): 214-233.

PUBLICAÇÃO DA
DIRECÇÃO GERAL DOS SERVIÇOS AGRÍCOLAS
Repartição de Estudos, Informação e Propaganda
LISBOA

SUMÁRIO

Castro, Duarte de e M. Noronha Wagner — NOTA SOBRE A PERPETUAÇÃO DE FRAGMENTOS CROMOSÓMICOS EM *LUZULA PURPUREA* . . 95-99

Dias, Maria Rosália de Sousa et Emmanuele de Sousa da Camara — FUNGI LUSITANIAE . . 101-125

Bramão, D. Luís — CAULINITE E HALOISITE — SEU ESTUDO NOS SOLOS VERMELHOS 127-172

Almeida, J. Leão Ferreira de — ADVANCE NOTE ON THE PRODUCTION OF POLYPLOIDS IN *VITIS VINIFERA* L. 173-174

TODA A CORRESPONDÊNCIA E PERMUTA REFERENTE À AGRONOMIA LUSITANA DEVE SER DIRIGIDA A:

POUR L'ÉCHANGE OU POUR LA CORRESPONDENCE CONCERNANT L'AGRONOMIA LUSITANA ON DOIT S'ADDRESSER À:

LETTERS AND EXCHANGE CONCERNING AGRONOMIA LUSITANA TO BE ADDRESSED TO:

ESTAÇÃO AGRONÓMICA NACIONAL

SACAVÉM

PORTUGAL